

ISSN 2710-1185 (Online)

ISSN 1813-1107 (Print)

ЕҢБЕК ҚЫЗЫЛ ТУ ОРДЕНДІ
«Ә. Б. БЕКТҰРОВ АТЫНДАҒЫ
ХИМИЯ ҒЫЛЫМДАРЫ ИНСТИТУТЫ»
АКЦИОНЕРЛІК ҚОҒАМЫ

ҚАЗАҚСТАННЫҢ ХИМИЯ ЖУРНАЛЫ

ХИМИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ КАЗАХСТАНА

CHEMICAL JOURNAL of KAZAKHSTAN

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
«ИНСТИТУТ ХИМИЧЕСКИХ НАУК
им. А. Б. БЕКТУРОВА»

3(83)

ИЮЛЬ – СЕНТЯБРЬ 2023 г.

ИЗДАЕТСЯ С ОКТЯБРЯ 2003 ГОДА

ВЫХОДИТ 4 РАЗА В ГОД

АЛМАТЫ
2023

Журналдың бас редакторы

Директор

Тасибеков Х.С. - х.ғ.к., ассоц. проф.

Редакция кеңесінің мүшелері:

Абсадықов Б.Н., ҚР ҰҒА корр.-мүшесі, т.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Айдемир М.**, Ph.D., проф., (Туркия); **Бүркітбаев М.М.**, ҚР ҰҒА академигі, х.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Дембицкий В.М.**, РЖҒА академигі, х.ғ.д., проф. (Канада); **Дергунов С.А.**, Ph.D., проф. (АҚШ); **Джумадилов Т.Қ.**, х.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Журинов М.Ж.**, ҚР ҰҒА академигі, х.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Жүсіпбеков Ө.Ж.**, ҚР ҰҒА корр.-мүшесі, т.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Закиров Б.С.**, х.ғ.д., проф. (Өзбекстан); **Зейналов Э.Б.**, Әзірбайжан ҰҒА корр.-мүшесі, х.ғ.д., проф. (Әзірбайжан); **Ибрагимов А.Б.**, х.ғ.д., проф. (Узбекистан); **Қадырбеков Қ.А.**, х.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Каюкова Л.А.**, х.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Малмакова А.Е.**, PhD (Қазақстан); **Мун Г.А.**, х.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Пралиев К.Д.**, ҚР ҰҒА академигі, х.ғ.д. проф. (Қазақстан); **Салахутдинов Н.Ф.**, РҒА корр.-мүшесі, х.ғ.д., проф. (Ресей); **Темель Хамди**, Ph.D., проф. (Түркия); **Фазылов С.Д.**, х.ғ.д., проф., ҚР ҰҒА академигі (Қазақстан); **Ю В.К.**, х.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Узакова Ж.Б.** (Техникалық хатшы).

«Қазақстанның химия журналы»

ISSN 2710-1185 (Online); ISSN 1813-1107 (Print)

Құрылтайшы: Еңбек Қызыл Ту орденді Ө.Б. Бектұров атындағы
Химия ғылымдары институты

Тіркеу: Қазақстан Республикасының Мәдениет, ақпарат және қоғамдық
келісім министрлігінде № 3995-Ж 2003 жылғы 25-маусымдағы

2003 жылы құрылған. Жылына 4 рет шығады.

Редакцияның мекен-жайы: 050010 (A26F3Y1), Қазақстан Республикасы, Алматы қ.,
Ш.Уалиханов көшесі, 106. тел. 8 (727) 291-24-64, 8 (727) 291-59-31;
ics_rk@mail.ru

Басылған баспахана: ИП «Тойходжаев Н.О.», Алматы қаласы, Алмалы ауданы,
Нұрмаков, көш. 26/195-49; irapuna@yandex.ru

© АҚ «Ө.Б. Бектұров атындағы
Химия ғылымдары институты», 2023

«Қазпошта» АҚ-ның газет-журналдар каталогында немесе оның қосымшаларында
жазылу индексі **75241**.

Главный редактор

Директор

Тасибеков Х.С. - к.х.н., ассоц. проф.

Редакционная коллегия:

Абсадыков Б.Н., член-корр. НАН РК, д.т.н., проф. (Казахстан); **Айдемир М.**, Ph.D., проф., (Турция); **Буркитбаев М.М.**, академик НАН РК, д.х.н., проф. (Казахстан); **Дембицкий В.М.**, академик РАЕН, д.х.н. проф. (Канада); **Дергунов С.А.**, Ph.D., проф. (США); **Джумадилов Т.К.**, д.х.н., проф. (Казахстан); **Джусипбеков У.Ж.**, член-корр. НАН РК, д.т.н., проф. (Казахстан); **Журинов М.Ж.**, академик НАН РК, д.х.н., проф. (Казахстан); **Закиров Б.С.**, д.х.н., проф. (Узбекистан); **Зейналов Э.Б.**, член-корр. НАНА, д.х.н., проф. (Азербайджан); **Ибрагимов А.Б.**, д.х.н., проф. (Узбекистан); **Кадирбеков К.А.**, д.х.н., проф. (Казахстан); **Каюкова Л.А.**, д.х.н., проф. (Казахстан); **Малмакова А.Е.**, PhD (Казахстан); **Мун Г.А.**, д.х.н., проф. (Казахстан); **Пралиев К.Д.**, академик НАН РК, д.х.н., проф. (Казахстан); **Салахутдинов Н.Ф.**, член-корр. РАН, д.х.н., проф. (Россия); **Темель Хамди**, Ph.D., проф. (Турция); **Фазылов С.Д.**, д.х.н., проф., академик НАН РК (Казахстан); **Ю В.К.**, д.х.н., проф. (Казахстан); **Узакова Ж.Б.** (Технический секретарь).

«Химический журнал Казахстана».

ISSN 2710-1185 (Online); ISSN 1813-1107 (Print)

Учредитель: Ордена Трудового Красного Знамени Институт химических наук им. А.Б. Бектурова.

Регистрация: Министерство культуры, информации и общественного согласия Республики Казахстан № 3995-Ж от 25 июня 2003 г.

Основан в 2003 г. Выходит 4 раза в год.

Адрес редакции 050010 (A26F3Y1), Республика Казахстан, г. Алматы, ул. Ш. Уалиханова, 106, тел. 8 (727) 291-24-64, 8 (727) 291-59-31; ics_rk@mail.ru

Отпечатано в типографии: ИП «Тойходжаев Н.О.», г.Алматы, Алмалинский район, ул. Нурмакова, 26/195 кв. 49; iparuna@yandex.ru

© АО «Институт химических наук им. А. Б. Бектурова», 2023

Подписной индекс **75241** в Каталоге газет и журналов АО «Казпочта» или в дополнении к нему.

Editor-in-Chief

Director

Tassibekov Kh.S. - Candidate of Chemical Sciences, assoc. prof.

Editorial Board:

Absadykov B.N., Corr. Member of NAS RK, Doctor of Technical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Aydemir M.**, Ph.D., Prof. (Turkey); **Burkitbaev M.M.**, Academician of NAS RK, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Dembitskiy V.M.**, Academician of RANS, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Canada); **Dergunov S.A.**, Ph.D., Prof. (USA); **Dzhussipbekov U.Zh.**, Corr. Member of NAS RK, Doctor of Technical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Fazylov S.D.**, Doctor of Chemical Sciences, Prof., academician of NAS RK (Kazakhstan); **Hamdi Temel**, Ph.D., Prof. (Turkey); **Ibragimov A.B.**, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Uzbekistan); **Jumadilov T.K.**, Doctor of Chemical Sciences (Kazakhstan); **Kadirbekov K.A.**, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Kayukova L.A.**, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Malmakova A.E.**, PhD (Kazakhstan); **Mun G.A.**, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Praliyev K.D.**, Academician of NAS RK, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Salakhutdinov N.F.**, Corr. Member of RAS, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Russia); **Yu V.K.**, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Zakirov B.S.**, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Uzbekistan); **Zhurinov M.Zh.**, Academician of NAS RK, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Zeynalov E.B.**, Corr. Member of NAS of Azerbaijan, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Azerbaijan); **Uzakova Zh.B.** (Executive Secretary).

«Chemical Journal of Kazakhstan»

ISSN 2710-1185 (Online); ISSN 1813-1107 (Print)

Founder: A.B. Bekturov Institute of chemical sciences awarded by the Order of Red Banner of Labor.

Registration: Ministry of Culture, Information and Public Accord of the Republic of Kazakhstan No. 3995-Ж dated June 25, 2003 year.

«Chemical Journal of Kazakhstan» was founded in 2003 year, publishes four issues in a year.

Address of the Editorial board: 050010 (A26F3Y1), Republic of Kazakhstan, Almaty, Sh. Ualikhanov str., 106, A.B. Bekturov Institute of chemical sciences awarded by the Order of Red Banner of Labor, Fax: 8(727)291-24-64, ics_rk@mail.ru

Printed in the printing house: IP " Toykhodzhaev N.O.", Almaty, Almainsky district, st. Nurmakova, 26/195 sq. 49, iparuna@yandex.ru

FLOCCULATING AND BIOCIDAL PROPERTIES OF COPOLYMER OF N,N-DIMETHYL-N,N-DIALLYL AMMONIUM CHLORIDE WITH N,N-DIMETHYLAMINOPROPYL METHACRYLAMIDE

*B.Ye. Orynbayev, M.B. Zhurumbayeva, N.Zh. Seitkaliyeva, K.Zh. Abdiyev**

Satbayev University, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: k.abdiyev@satbayev.university

Abstract. *Introduction.* Nowadays, pollution of water reservoirs with harmful industrial waste is considered one of the urgent problems. Poly surfactants (flocclulants) are usually used to clean industrial wastewater from harmful impurities. However, currently known flocclulants do not meet the requirements for them. The main reason for this is the high cost of monomers or the complexity of flocclulant synthesis methods. Microbiological corrosion (biocorrosion) of metal and reinforced concrete structures is still an unresolved issue. In this regard, synthesis of new effective flocclulants with biocidal properties is considered one of the urgent problems. *The purpose* of this work is synthesis and studying of the flocclulation and biocidal properties of the copolymer of N,N-dimethyl-N,N-diallylammonium chloride with N,N-dimethylaminopropyl methacrylamide (DMAACh-DMAPMA). The methodology of the work is to synthesize a new effective poly-surfactant with flocclulating and biocidal effect on the basis of industrial monomers available by the radical copolymerization method and to determine its properties by modern methods. *Results and discussion.* The effect of molar composition and the ionic strength of the medium on the flocclulation and biocidal properties of the copolymer DMAACh-DMAPMA was studied. It has been proven that copolymer DMAACh-DMAPMA, synthesized from a mixture of monomers with molar composition 50:50 mol. %, shows the highest flocclulation properties in relation to the dispersed particles of bentonite clay. The presence of salt (0.01 wt.% NaCl) in the media increases the flocclulation properties of the copolymer. It was found that DMAACh-DMAPMA copolymers have also biocidal properties and can be used as a biocidal compound to inhibit the growth of sulfate-reducing bacteria (SRB). The optimal concentration is 0.01÷0.05 mas. %.

Keywords: copolymerization, flocclulant, water treatment, biocide, microbiological corrosion

Orynbayev Baurzhan

Master of Chemical Technology of Organic Substance.

E-mail: baurzhan.orynbayev@gmail.com

Zhurumbayeva Mariyamkul

Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor.

E-mail: m.zhurumbayeva@satbayev.university

Seitkaliyeva Nurgul

Candidate of Chemical Sciences. E-mail: nur76_07@mail.ru

Abdiyev Kaldibek

Doctor of Chemical Sciences, Associate Professor.

E-mail: k.abdiyev@satbayev.university

Citation: Orynbayev B.Ye., Zhurumbayeva M.B., Seitkaliyeva N.Zh., Abdiyev K.Zh. Flocclulation and biocidal properties of copolymer of N,N-dimethyl-N,N-diallyl ammonium chloride with N,N-dimethylaminopropyl methacrylamide. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 3(83), 5-14. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.23>

N,N-ДИМЕТИЛ-N,N-ДИАЛЛИЛ АММОНИЙ ХЛОРИДИНІҢ N,N-ДИМЕТИЛАМИНОПРОПИЛ МЕТАКРИЛАМИДПЕН СОПОЛИМЕРІНІҢ ФЛОКУЛЯЦИЯЛЫҚ ЖӘНЕ БИОЦИДТІК ҚАСИЕТТЕРІ**Б.Е. Орынбаев, М.Б. Жүрсімбаева, Н.Ж. Сейтқалиева, Қ.Ж. Әбдиев****Сәтбаев университеті, Алматы, Қазақстан***E-mail:k.abdiyev@satbayev.university*

Түйіндемe. *Кіріспе.* Қазіргі таңда су қоймаларының зиянды өндірістік қалдықтарымен ластануы өзекті мәселелердің бірі болып саналуда. Өндірістік ағын суларды зиянды қоспалардан тазарту үшін әдетте полимерлік беттік-активті заттарды (поли-БАЗ) – флокулянттарды қолданады. Дегенмен, қазіргі белгілі флокулянттар оларға қойылатын талаптарға сай келе бермейді Мұның басты себебі мономерлер құнының жоғары болуы немесе флокулянттар синтездеу әдістерінің күрделілігі. Тағы да бір шешімін таппаған өзекті мәселе – ол металл және темірбетон құрылымдарының микробиологиялық коррозиясы (биокоррозия). Осы орайда бойында биоцидтік қасиеті бар жаңа тиімді флокулянттар синтездеу өзекті мәселелердің бірі болып саналады. Аталмыш жұмыстың мақсаты жаңа поли-БАЗ-дың – N,N-диметил-N,N-диаллиламмоний хлоридінің N,N-диметиламинопропил метакриламидпен (ДМДААХ–ДМАПМА) сополимерінің флокуляциялық және биоцидтік қасиеттерін зерттеу. Жұмыстың әдістемесі - радикалдық сополимеризация әдісі арқылы қолжетімді өндірістік мономерлер негізінде бойында флокуляциялық және биоцидтік әсері бар жаңа тиімді поли-БАЗ синтездеу және оның қасиеттерін заманауи әдістермен анықтау. *Нәтижелер және талқылау.* ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің флокуляциялық және биоцидтік қасиеттеріне оның мольдік құрамы мен ортаның иондық күшінің әсері зерттелді. Мольдік құрамы 50:50 мол. % болып келетін мономерлер қоспасынан синтезделген ДМДААХ–ДМАПМА сополимері бентонит сазбалшығы дисперстік бөлшектеріне қатысты ең жоғары флокуляциялық қасиет көрсететіндігі дәлелденді. Суспензия құрамында тұздың (0,01 мас. % NaCl) болуы сополимердің флокуляциялық қасиетін арттыра түседі. ДМДААХ–ДМАПМА сополимер-леріне биоцидтік қасиет тән сондықтан оны сульфатотықсыздандырғыш бактериялардың (СТБ) өсуін тежейтін биоцидтік қосылыс ретінде қолдануға болатындығы анықталды. Сонда оңтайлы концентрация 0.01÷0.05 мас. % саналады.

Түйінді сөздер: сополимеризация, флокулянт, суды тазарту, биоцид, микробиологиялық коррозия

<i>Орынбаев Бауыржан Елтайұлы</i>	<i>магистр</i>
<i>Жүрсімбаева Мариякүл Бұрқанқызы</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты, доценті</i>
<i>Сейтқалиева Нұрғұл</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Жарылқағанқызы</i>	
<i>Әбдиев Қалдыбек Жамшайұлы</i>	<i>Химия ғылымдарының докторы, доцент, профессор</i>

1. Кіріспе

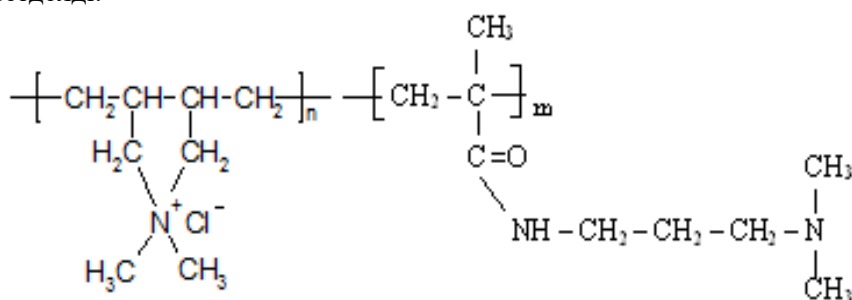
Алуан түрлілігіне қарамастан [1-3], көптеген флокулянттарды өндірістік масштабта пайдалану шектелген. Оның басты себебі, бастапқы шикізат (мономер) синтезінің және (со)полимеризация реакциясының күрделілігі, өнімнің өзіндік құнының жоғары немесе флокулянттың беттік және биоцидтік қасиеттерінің төмен болуы. Бұның өзі ағын суларды тазарту технологиясын жетілдіруге және жаңа тиімді флокулянттар синтездеуге итермелейді. Демек, бойында флокуляциялық қана емес, сонымен бірге биоцидтік қасиеті де бар поли-БАЗ синтездеу *өзекті міндеттердің* бірі болып саналады.

Бұл жұмыстың мақсаты жаңа поли-БАЗ – N,N-диметил-N,N-диаллил-аммоний хлоридінің N,N-диметиламинопропил метакриламидпен (ДМДААХ-ДМАПМА) сополимерінің флокуляциялық және биоцидтік қасиеттерін зерттеу.

2. Тәжірибелік бөлім

2.1. ДМДААХ-ДМАПМА сополимерін синтездеу

ДМДААХ-ДМАПМА сополимері сулы ортада мономерлердің әртүрлі мольдік қатынасын 343 К температурада инициатор (аммоний персульфаты $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$) қатысында радикалдық сополимеризациялау әдісі арқылы синтезделді.



Синтездеу және тазарту әдістері, синтезделген сополимерлердің құрамын анықтау нәтижелері [4] келтірілген. Сополимерлердің құрамы ИҚ - және ЯМР-спектроскопия, элементтік талдау және кондуктометриялық титрлеу әдістері арқылы анықталды. Талдау нәтижелері 1-кестеде келтірілген.

Кесте 1 – Үлгілерді элементтік талдау және ДМДААХ–ДМАПМА сополимер ерітінділерін кондуктометриялық титрлеу нәтижелері [4].

Бастапқы қоспадағы мономерлердің құрамы, мол. % [ДМАПМА]:[ДМДААХ]	Элементтік талдау нәтижелері бойынша сополимер құрамы, мол. % [ДМАПМА]:[ДМДААХ]			Кондуктометриялық титрлеу нәтижелері бойынша сополимер құрамы, мол. %, [ДМАПМА]:[ДМДААХ]
	N	C	H	
30:70	42:58	43:57	41:59	45:55
50:50	64:36	63:37	64:36	64:36
65:35	77:23	75:25	76:24	76:24
80:20	93:07	94:06	93:07	95:05

2.2. Зерттеу әдістері

Сополимерлердің флокуляциялық қасиеттерін зерттеу

ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің флокуляциялық қасиеттерін зерттеу үшін Погадаев кен орнының (Батыс Қазақстан облысы, Қазақстан Республикасы) бентонитті сазбалшығы таңдап алынды. Балшық диірменде 330 айн/мин жылдамдықпен 10 минут бойы ұнтақталды. Әрі қарай ұнтақ тесігінің диаметрі 0.2 мм-ден аспайтын електен өткізіліп, содан кейін сазға дистилденген судың қажетті мөлшері қосылды және саздың толық ісінуі үшін суспензия 24 сағатқа қалдырылды.

Погадаев кен орнының саз балшығы отқа төзімді қасиеттері бойынша жеңіл балқымаға, Fe_2O_3 құрамы бойынша бояғыш оксидтері жоғары саздарға, ал Al_2O_3 құрамы бойынша қышқыл шикізат тобына жатады (2-кесте).

Кесте 2 - Погадаев кен орнының бентонитті саз балшығының химия-лық құрамы (Батыс Қазақстан облысы, Қазақстан Республикасы)

Шикізаттың атауы	Оксидтердің құрамы, мас. %							
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	SO ₃	Na ₂ O	п.п.п
Погадаев кен орны	61.5	17.01	2.201	3.24	6.344	1.32	3.6	6

Суспензияны тұндыру процесінің ұзақтығы бөлшектердің шөгу жылдамдығына байланысты. Дисперстік фаза бөлшектерінің флокуляция дәрежесі, яғни судың бөлшектерден тазару дәрежесі жүйенің оптикалық тығыздығы (D) және тұнған шөгіндінің массасы арқылы анықталды [5]. Оптикалық тығыздық КФК-3-01 спектрофотометрінде 740 нм толқын ұзындығында өлшенді. Ерітінділердің оптикалық тығыздығын өлшеудің салыстырмалы қателігі 2% - дан аспады. Зерттеу үшін алдын-ала бентонит сазының судағы 0.5 мас. % суспензиясы дайындалды.

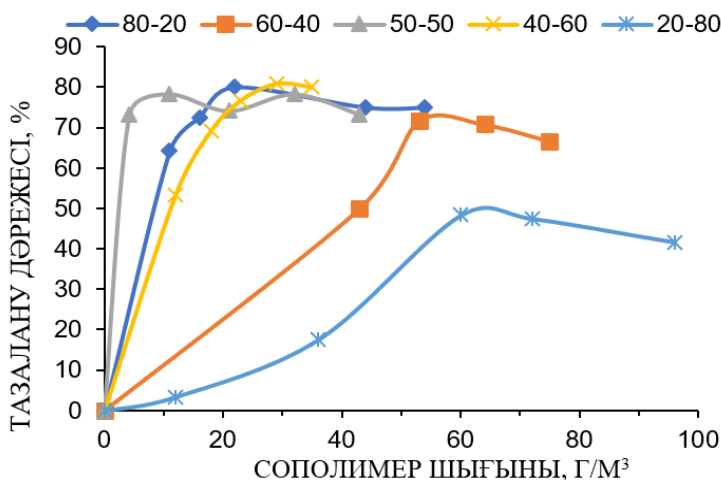
2.3. Сополимерлердің биоцидтік қасиеттерін зерттеу

Сульфат тотықсыздандырғыш бактериялардың (СТБ) өсуін тежеу үшін мольдік құрамы әртүрлі ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің биоцидтік қасиеттерін зерттеу ҚР ҒжЖБМ-н "Микробиология және вирусология ғылыми-өндірістік орталығы" ЖШС-де (Алматы қ.) жүргізілді. Ол үшін тәжірибелік түтіктерге 1 мл СТБ дақылдық сұйықтығы енгізіліп, оған құрамында сополимердің тиісті концентрациясы бар коректік орта қосылды.

3. Нәтижелер және талқылау

3.1. ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің флокуляциялық қасиеттерін зерттеу

1-суретте судың бентонит сазбалшығы бөлшектерінен тазалану дәрежесінің қосылған ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің мольдік құрамы мен концентрациясына байланысты өзгерістері көрсетілген.



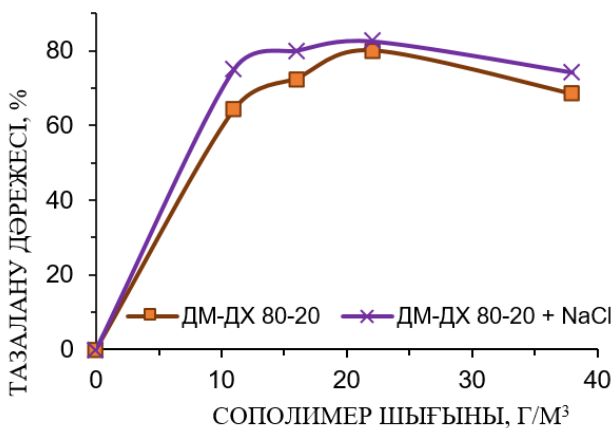
Сополимердің мольдік құрамы [ДМАПМА]:[ДМДААХ]

Сурет 1 – судың бентонит сазбалшығы бөлшектерінен тазалану дәрежесінің қосылған ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің мольдік құрамына және концентрациясына байланысты өзгерістері

Жоғарыдағы суреттен [ДМАПМА]:[ДМДААХ] = 50:50 мол. % мономерлер қоспасынан синтезделген сополимердің флокуляциялық қабілеті ең жоғары екендігін көруге болады. Бұл кезде сополимердің шығыны, шамамен $10 \div 15$ г/м³ құрайды. ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің жоғары флокуляциялық қабілетін макромолекуланың оптимальді гидрофильдік-липофильдік балансы (ГЛБ) арқылы түсіндіруге болады.

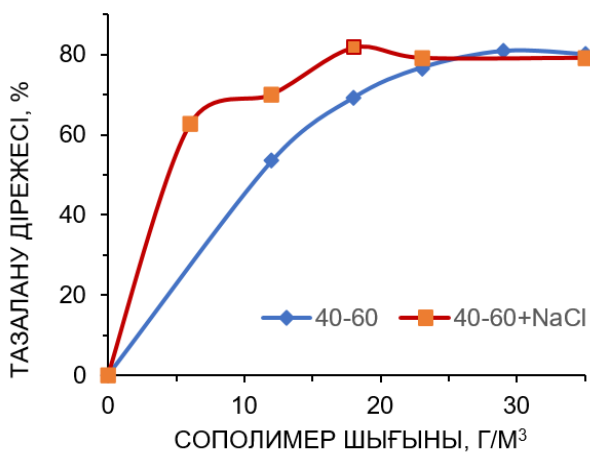
Демек, жоғарыда айтылғандарды ескере отырып, бентонит сазының суспензиясына ДМДААХ–ДМАПМА сополимерін қосқанда, сополимер макромолекулалары электростатикалық механизм бойынша сазбалшық бөлшектерінің бетіне адсорбцияланады деп тұжырымдауға болады. Нәтижесінде бентонит сазбалшығы бөлшектерінің беттік (теріс) заряды нейтралданады және электрокинетикалық потенциалы төмендейді. Суспензиядағы флокулянттың концентрациясы оңтайлы мәніне жеткенде бөлшектердің электрокинетикалық потенциалы өзінің "критикалық" мәніне дейін төмендейді. Бұл кезде бөлшектер арасындағы тартылыс күші тебу күшінен басым болады да, бентонит сазбөлшектері флокуляцияға ұшырайды, яғни бөлшектер бірігіп ыдыс түбіне шөгеді.

Бұл жұмыста, сонымен қатар, электролиттің (ортаның иондық күшінің) ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің флокуляциялық қабілетіне әсері де зерттелді, өйткені электролиттер флокулянт макромолекулаларының физика-химиялық қасиеттеріне айтарлықтай әсер ететіндігі белгілі [6]. 2- және 3-суреттерде зерттеу нәтижелері келтірілген.



Ескерту: ДМ-ДМАПМА; ДХ-ДМДААХ
 Сополимер құрамы: [ДМАПМА]:[ДМДААХ]=80:20

Сурет 2 – 0.01 мас. % NaCl қатысында және электролитсіз суды бентонит сазбалшығы бөлшектерінен тазарту дәрежесіне сополимер концентрациясының әсері



Ескерту: ДМ-ДМАПМА; ДХ-ДМДААХ
 Сополимер құрамы: [ДМАПМА]:[ДМДААХ]=40:60

Сурет 3 – 0.01 мас. % NaCl қатысында және электролитсіз суды бентонит сазбалшығы бөлшектерінен тазарту дәрежесіне сополимер концентрациясының әсері

Нәтижелерді талдау барысында электролит ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің флокуляциялау қабілетін арттыра түсетіндігі анықталды. 0,01 мас. % NaCl қатысында бөлшектердің флокуляциясы күшейе түседі, суды

бентонит сазбалшығы бөлшектерінен тазарту дәрежесі артады және суды тазартудың максималды дәрежесіне сәйкес келетін сополимер концентрациясы (шығыны) азая түсетіндігін аңғаруға болады. Сонымен қатар, айта кететін жайт, электролиттің оң әсері ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің барлық дерлік мольдік құрамында байқалады. Электролит қатысында сополимер макромолекулаларының флокуляциялық қабілетінің артуын электролиттің қос электрлік қабаттың диффузиялық бөлігіне кіруімен байланыстыруға болады [5, 7, 8]. Нәтижесінде қосэлектрлік қабат сығылады, бөлшектердің электрокинетикалық потенциалы (заряды) төмендейді. Мұның бәрі, сайып келгенде, бентонит сазы бөлшектері арасындағы тебу күшінің әлсіреуіне және тартылыс күшінің күшеюіне әкеледі. Нәтижесінде дисперстік бөлшектердің тұрақтылығы төмендеп, олар флокуляцияға ұшырайды.

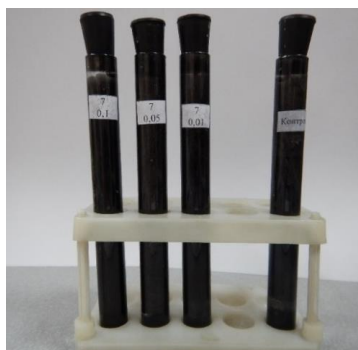
Демек, алынған тәжірибелік мәндерге сүйене отырып, ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің флокуляциялық қабілеті бар және оны ағын суларды құрамындағы бентонит саздары дисперстік бөлшектерінен тазарту үшін қолдануға болады деп қорытынды жасауға болады.

3.2. ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің биоцидтік қасиеттерін зерттеу

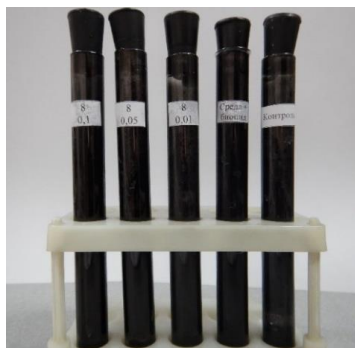
Құрамы [ДМАПМА]:[ДМДААХ] = 80:20 (1); 50:50 (2) және 20:80 (3) мол. % мономерлер қоспаларынан синтезделген ДМДААХ–ДМАПМА сополимерлері СТБ өсуін тежеу үшін биоцидтік қосылыстар ретінде сыналды. Берілген сополимерлер үлгілерінің СТБ өсуіне әсері үш концентрацияда зерттелді: 0.01 %, 0.05% және 0.1 % (4-сурет). Ол үшін тәжірибелік пробиркаларға 1 мл СТБ дақылдық сұйықтығы енгізіліп, сонан соң құрамына сополимердің тиісті концентрациясы қосылған қоректік орта құйылды. Сынақ бір ай бойы жүргізілді. Бақылау нұсқасында СТБ сополимерсіз өсірілді. СТБ дамуы өсірудің бесінші тәулігінде байқалды. Бактерияның өсуі барысында пробирканың ішкі бетінде жұқа металдық жылтыр қабат (қабыршақ) пайда болды (4-сурет).



(1)



(2)



(3)

Сополимер концентрациясы (солдан оңға, мас. %): 0.1; 0.05 және 0.01.

Сурет 4 – ДМДААХ–ДМАПМА сополимері үлгілерінің қатысуымен СТБ өсуі

Бақылау барысында ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің (1) және (3) үлгілері, сәйкесінше, 0.05 мас. % және 0.1 мас. % концентрацияда СТБ дамуын толығымен (100 %) тежейтіні анықталды. Ал осы үлгілердің 0.01 мас. % концентрациясында СТБ дамуы байқалды. ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің (2) үлгісі тек 0.1 мас. % концентрациясында ғана СТБ дамуын толығымен тежейді. Осы үлгінің 0.05 мас. %-да СТБ дамуы байқалды. Үлгілердің биоцидтік әсері бүкіл сынақ кезеңінде сақталды. Микроскопиялық зерттеулер бұл үлгілерде СТБ бактерияларының жоқтығын көрсетті.

Демек, сынақ нәтижелерін ескере отырып, құрамы [ДМАПМА]: [ДМДААХ] = 80:20 (1) және 20:80 (3) мол. % мономерлер қоспаларынан синтезделген ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің берілген үлгілері биоцидтік қасиеттерге ие және 0.05 мас. % минималды концентрацияда СТБ өсуін тежейді деп қорытынды жасауға болады.

ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің жоғары биоцидтік әсерін макромолекулаларының микроорганизм бетіне электростатикалық механизм бойынша адсорбциялану қабілетімен түсіндіруге болады [8]. Адсорбция нәтижесінде микроорганизм бетінде жұқа адсорбциялық қабыршақ пайда болады, ол микроорганизм мен қоршаған (қоректік) орта арасындағы масса алмасу процесін айтарлықтай төмендетеді және микроорганизмге оттегінің өтуін едәуір шектейді. Мұның бәрі, сайып келгенде, микроорганизмдердің (бактериялардың) жойылуына әкеледі.

4. Қорытынды

1. ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің флокуляциялық және биоцидтік қасиеттеріне оның мольдік құрамы мен ортаның иондық күшінің әсері зерттелді.

2. Мольдік құрамы 50:50 мол. % мономерлер қоспасынан синтезделген ДМДААХ–ДМАПМА сополимерінің бентонит сазбалшығы

суспензиясының дисперстік бөлшектеріне қатысты флокуляциялық қабілеті ең жоғары екендігі және тұздың (NaCl) қатысында сополимердің флокуляциялық қасиеті арта түсетіндігі анықталды.

3. ДМДААХ–ДМАПМА сополимерлеріне биоцидтік қасиет тән екендігі және оларды СТБ өсуін тежеуші биоцидтік қосылыстар ретінде қолдануға болатындығы дәлелденді. СТБ өсуін тежейтін оңтайлы концентрация 0.01÷0.05 мас. % аралығында сополимердің мольдік құрамына байланысты өзгеретіндігі анықталды.

Қаржыландыру: Бұл зерттеуді Қазақстан Республикасының Білім және ғылым министрлігінің Ғылым комитеті қаржыландыруда (Жоба № AP14870286).

Мүдделер қақтығысы: Бұл жұмыста авторлар арасында мүдделік қақтығыс жоқ.

ФЛОКУЛИРУЮЩИЕ И БИОЦИДНЫЕ СВОЙСТВА СОПОЛИМЕРА N,N-ДИМЕТИЛ-N,N-ДИАЛЛИЛ АММОНИЙ ХЛОРИДА С N,N-ДИМЕТИЛАМИНОПРОПИЛМЕТАКРИЛАМИДОМ

Б.Е. Орынбаев, М.Б. Журсумбаева, Н.Ж. Сейткалиева, К.Ж. Абдиев*

Сатбаев университет, Алматы, Қазақстан,

**E-mail:k.abdiyev@satbayev.university*

Резюме. Введение. В настоящее время загрязнение водоемов вредными промышленными отходами считается одной из актуальных проблем. Для очистки промышленных сточных вод от вредных примесей обычно применяют флокулянты. Однако, известные флокулянты не всегда отвечают предъявляемым к ним требованиям. Основная причина этого – высокая стоимость мономеров или сложность методов синтеза флокулянтов. Еще одной нерешенной проблемой остается микробиологическая коррозия (биокоррозия) металлических и железобетонных конструкций. В эти связи синтез новых эффективных флокулянтов с биоцидными свойствами является одной из актуальных задач. *Целью* настоящей работы является синтез и изучение флокуляционных и биоцидных свойств сополимера N,N-диметил-N,N-диаллиламмоний хлорида с N,N-диметиламинопропил-метакриламидом (ДМДААХ-ДМАПМА). Методика работы заключается в синтезе нового эффективного поли-ПАВ с флокулирующим и биоцидным действиями на основе доступных промышленных мономеров методом радикальной сополимеризации и определении его свойств современными методами. *Результаты и обсуждение.* Изучено влияние мольного состава и ионной силы среды на флокуляционные и биоцидные свойства синтезированного сополимера ДМДААХ-ДМАПМА. Доказано, что сополимер, синтезированный из смеси мономеров мольного состава 50:50 мол. %, проявляет наиболее высокие флокуляционные свойства по отношению к дисперсным частицам бентонитовой глины. Присутствие соли (0.01 мас.% NaCl) в среде повышает флокуляционные свойства сополимера. Установлено, что сополимеры ДМДААХ-ДМАПМА обладают биоцидными свойствами и могут быть использованы в качестве биоцидного соединения для подавления роста СРБ. Оптимальной концентрацией является 0.01÷0.05 мас. %.

Ключевые слова: сополимеризация, флокулянт, очистка воды, биоцид, микробиологическая коррозия

<i>Орынбаев Бауржан Елтаевич</i>	<i>магистр</i>
<i>Журсумбаева Мариямкуль Буркановна</i>	<i>кандидат химических наук, ассоциированный профессор</i>
<i>Сейткалиева Нургуль Жарылкагановна</i>	<i>кандидат химических наук</i>
<i>Абдиев Калдибек Жамшаевич</i>	<i>доктор химических наук, доцент, профессор</i>

References

1. Chee Yang Teh, Pretty Mori Budiman, Katrina Pui Yee Shak, and Ta Yeong Wu. Recent Advancement of Coagulation–Flocculation and Its Application in Wastewater Treatment. *Ind. Eng. Chem. Res.*, **2016**, *55*(16), 4363–4389. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.5b04703>
2. Victor Ajao, Harry Bruning, Huub Rijnaarts, Hardy Temmink. Natural flocculants from fresh and saline wastewater: Comparative properties and flocculation performances. *Chem. Eng. J.*, **2018**, *349*, 622–632. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.05.123>
3. Chai Siah Lee, John Robinson, Mei Fong Chong. A review on application of flocculants in wastewater treatment. *Protection*. **2014**, *92*(6), 489–508. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2014.04.010>
4. Abdiyev, K.Zh., Maric, M., Orynbayev, B., Zhursumbaeva, M., Seitkaliyeva, N., Toktarbay, Z. Novel Cationic Polymer Surfactant for Regulation of the Rheological and Biocidal Properties of the Water-Based Drilling Muds. *Polymers*, **2023**, *15*(2), 330; Open access. <https://doi.org/10.3390/polym15020330>
5. Abdiyev, K.Zh., Maric, M., Orynbayev, B.Y., Toktarbay Zh., Zhursum-baeva, M.B., Seitkaliyeva, N.Z. Flocculating properties of 2-acrylamido-2-methyl-1-propane sulfonic acid-co-allylamine polyampholytic copolymers. *Polymer Bulletin*, **2022**, *79*(12), 10741–10756.
6. Шачнева Е.В. Влияние ионной силы раствора на физико-химические свойства частиц флокулянта А-1510. *Астраханский вестник экологического образования*, **2013**, № 3 (25), 96–102. <https://cyberleninka.ru/article/n/vliyanie-ionnoy-sily-rastvora-na-fiziko-himicheskie-svoystva-chastits-flokulyanta-a-1510>
7. Щукин Д.А., Перцов А.В., Амелина Е. Коллоидная химия. М.: Высшая школа, **2004**, 445 с.
8. Dauletov, Ye., Nuraje, N., Abdiyev, K., Toktarbay, Zh., Zhursumbaeva, M. Copolymers of Diallyldimethylammonium Chloride and Vinyl Ether of Monoethanolamine: synthesis, flocculating and antimicrobial properties. *Journal of Surfactants and Detergents*, **2019**, *22*(5), 1129–1137. <https://doi.org/10.1002/jsde.12283>

COMPOSITE MATERIALS BASED ON ALICYCLIC COPOLYIMIDE AND ACRYLIC ACID COPOLYMER WITH ACRYLAMIDE

M. B. Umerzakova¹, R.M. Iskakov², R.B. Sarieva¹, Zh.N. Kainarbayeva^{1*}, A.A. Espenbetov¹

¹JSC«A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences», Almaty, Kazakhstan

²Satbayev University, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: zhaniya.kn@gmail.com, umerzak@mail.ru

Abstract. *Introduction.* Progress in polymer materials science is mainly associated with the development of new composite materials, created by the introduction of modifying additives into the matrix polymer which improve polymer characteristics due to their properties. *The purpose* of this work is to obtain composite materials with improved thermal and mechanical properties from copolyimide based on dianhydrides of tricyclotetracarboxylic and diphenyloxidytetracarboxylic acids with diaminodiphenyl ether modified by a copolymer of acrylic acid with acrylamide. *Results and discussion.* Polymer compositions of copolyimides of arylalicyclic structure in combination with acrylic acid copolymer and acrylamide, as well as composite materials (film) based on them, were obtained. It was found that with an increase in the content of the added component from 0.35 to 2.0 wt%, uniformity is maintained in the polymer mixture. The infrared (IR) spectroscopy method shows that during formation of the above polymer mixtures the interaction of functional groups of the polymers under study with the formation of hydrogen bonds, which determine the homogeneity of the mixture. By methods of thermogravimetry and stretching of the sample with a constant deformation rate were used to determine, respectively, the thermal resistance and mechanical properties of the developed composite films. The increase of thermal resistance and strength of the film is explained by the formation of partial intermolecular cross-linking between the components of the mixture and the elasticity of the material – with the plasticizing effect of the additive. *Conclusion.* Polymer mixtures were obtained and composite films were molded on their basis.

Keywords: copolyimides, alicyclic dianhydride, aromatic dianhydride, copolymer of acrylic acid and acrylamide, composite films, properties

Umerzakova Maira Berdigalievna

Doctor of Chemical Sciences, Professor.

E-mail: umerzak@mail.ru

Iskakov Rinat Maratovich

Doctor of Chemical Sciences, Professor.

E-mail: riskakov@mail.ru

Sarieva Rahima Baimukhambetovna

Candidate of Chemical Sciences.

E-mail: sarieva.rahima@mail.ru

Kainarbayeva Zhaniya Nurbekovna

Master. E-mail: zhaniya.kn@gmail.com

Yespenbetov Asylbek Alimbekovich

Doctor of Chemical Sciences.

E-mail: yespenbetov@mail.ru

Citation: Umerzakova M.B., Iskakov R.M., Sarieva R.B., Kainarbayeva Zh.N., Yespenbetov A.A. Composite materials based on alicyclic copolyimide and acrylic acid copolymer with acrylamide. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 3(83), 15-27. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.24>

КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ АЛИЦИКЛИЧЕСКОГО СОПОЛИМИДА И СОПОЛИМЕРА АКРИЛОВОЙ КИСЛОТЫ С АКРИЛАМИДОМ

*М. Б. Умерзакова¹, Р. М. Искаков², Р. Б. Сариева¹,
Ж. Н. Кайнарбаева^{1*}, А. А. Еспенбетов¹*

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

²Satbayev University, Алматы, Казахстан

*E-mail: zhaniya.kn@gmail.com, umerzak@mail.ru

Резюме. *Введение.* Прогресс в области полимерного материаловедения в основном связан с разработкой новых композиционных материалов, создаваемых введением модифицирующих добавок в матричный полимер, улучшающих благодаря своим свойствам характеристики полимера. *Целью настоящей работы* является получение композиционных материалов с улучшенными термическими и механическими свойствами из сополимида на основе диангидридов трициклотетракарбоновой и дифенилоксидтетракарбоновой кислот с диаминодифениловым эфиром, модифицированного сополимером акриловой кислоты с акриламидом. *Результаты и обсуждение.* Получены полимерные композиции сополимидов арилалициклической структуры в сочетании с сополимером акриловой кислоты и акриламида, а также композиционных материалов (пленок) на их основе. Было установлено, что при увеличении содержания добавляемого компонента от 0.35 до 2.0 мас% в полимерной смеси сохраняется однородность. Сформованные из растворов этих композиций пленки получаются прозрачными, с гладкой поверхностью, хрупкости материала не наблюдается. Методом инфракрасной (ИК) спектроскопии показано, что при образовании указанных полимерных смесей происходит взаимодействие функциональных групп исследуемых полимеров с образованием водородных связей, которые обуславливают однородность смеси. Методами термогравиметрии и растяжения образца с постоянной скоростью деформирования определены, соответственно, термостойкость и механические свойства разработанных композиционных пленок. Повышение термостойкости и прочности пленки объясняется образованием частичной межмолекулярной сшивки между компонентами смеси; незначительное увеличение эластичности материала обусловлено пластифицирующим действием добавки, а эластичности материала – с пластифицирующим действием добавки. *Заключение.* Получены полимерные смеси и на их основе сформованы композиционные пленки.

Ключевые слова: сополимида, алициклический диангидрид, ароматический диангидрид, сополимер акриловой кислоты и акриламида, композиционные пленки, свойства

<i>Умерзакова Майра Бердигалиевна</i>	<i>Доктор химических наук, профессор</i>
<i>Искаков Ринат Маратович</i>	<i>Доктор химических наук, профессор</i>
<i>Сариева Рахима Баймухаметовна</i>	<i>Кандидат химических наук</i>
<i>Кайнарбаева Жания Нурбековна</i>	<i>Магистр</i>
<i>Еспенбетов Асылбек Алимбекович</i>	<i>Доктор химических наук</i>

1. Введение

Прогресс в области полимерного материаловедения в основном связан с разработкой новых композиционных материалов. Это обусловлено с тем, что введение модифицирующих добавок в матричный полимер приводит к формированию материалов с улучшенными характеристиками благодаря свойствам этих модификаторов. При этом, как следует из публикаций последних лет [1-7], не ослабевает интерес к созданию материалов на основе полиимидов, главным образом ароматического строения. Полиимидные пленкообразующие композиционные материалы успешно применяют для

эмалирования электропроводов, для использования в микроэлектронике и др. областях в виде различных пленочных покрытий [8-11], к которым предъявляются такие требования, как хорошая растворимость, цветность, гибкость, высокая прозрачность, хорошие адгезионные характеристики к напыляемым поверхностям. Современное развитие полимерных технологий ведет к непрерывному расширению класса полимерных композиционных материалов, т.к. позволяет создавать все более совершенные материалы функционального назначения.

Целью настоящей работы является получение композиционных материалов с улучшенными термическими и механическими свойствами из сополиимида на основе диангидридов трициклодецентетракарбоновой и дифенилоксидтетракарбоновой кислот с диаминодифениловым эфиром, модифицированного сополимером акриловой кислоты с акриламидом.

Сведений о проведении аналогичных работ по созданию сополиимидов с трициклодеценовыми фрагментами в основной цепи другими казахстанскими и зарубежными учеными в литературе не обнаружено, что свидетельствует о новизне наших исследований.

2. Экспериментальная часть

N-метил-2-пирролидон (метилпирролидон), пиридин очищали перегонкой, их температуры кипения соответствовали приведенным в [12].

4,4'-диаминодифениловый эфир очищали сублимацией в вакууме при температуре 210°C и остаточном давлении 10^{-3} мм.рт.ст., $T_{пл} = 200-202^\circ\text{C}$.

Диангидриды трициклодецентетракарбоновой (АБ) и дифенилоксидтетракарбоновой (ДФО) кислот очищали прогреванием в вакууме при остаточном давлении 10^{-3} мм рт.ст. и температурах 200 и 230°C, $T_{пл} = 350$ и 221°C, соответственно [10].

Сополимер акриловой кислоты с акриламидом (сополимер, АК-АА) производства «Aldrich и Bayer Material» (США) – молекулярной массы 250000, соотношением компонентов 30:70 мол%, соответственно, марки «хч», использовали без дополнительной очистки.

Сополиимиды на основе диангидридов трициклодецентетракарбоновой, дифенилоксидтетракарбоновой кислот и диаминодифенилового эфира получали при перемешивании при соотношении АБ:ДФО = 90:10 (сополиимид-1) и 85:15 (сополиимид-2) мол% методом одностадийной сополиконденсации в растворе метилпирролидона (43 мас% от суммы мономеров) в присутствии 6 мас% пиридина при температуре 90°C в течении 0.5 ч. Затем в течении 20 мин температуру масляной бани повышали до 140°C и данный синтез при этой температуре продолжали 3.5 ч [10].

Композиции на основе сополиимида-1, сополиимида-2 с АК-АА получали следующим образом: конечный реакционный раствор сополиимида (43 мас% в метилпирролидоне) разбавляли растворителем до концентрации 30 мас%. Затем к раствору сополиимида добавляли требуемое

количество сухой навески сополимера из расчета, чтобы его содержание в смеси с сополиимидом составляло 0.35–2.0 мас% (остальное сополиимид). Композиционную смесь перемешивали при температуре 40°C в течение 2 ч.

Пленки на основе сополиимида-1 и сополиимида-2и их композиций с АК-АА формировали методом полива растворов сополиимидов и композиций (20–22 мас% в метилпирролидоне) на стеклянные поверхности, затем стеклянной палочкой раскатывали тонкий слой пленки; с целью удаления растворителя пленки предварительно высушивали нагреванием в воздушной среде в сушильном шкафу при температуре 90°C в течение 20 мин, затем температуру поднимали до 140°C и выдерживали при этой температуре в течение 1 ч. Для более полной имидизации сополиимидной матрицы проводили дополнительную термообработку пленки при 250°C в течение 0.5 ч, предварительно сняв пленку с поверхности стекла.

Приведенные вязкости сополиимидов, термические и механические свойства сополиимидных и композиционных пленок на их основе определяли согласно методикам, приведенным в работе [13].

3. Результаты и их обсуждение

Интерес к сополимеру на основе акриловой кислоты и акриламида линейной структуры как пластифицирующей добавке к полимерам заключается в том, что он, имея в основной алифатической цепочке как кислотные группы, так и амидные группы, обладает амфотерными свойствами и несет как положительный, так и отрицательный заряд. В зависимости от способа активации данного соединения может быть задействована одна из указанных функциональных групп, или они могут работать одновременно [14]. Известно также, что сополиамиды обладают хорошими пленкообразующими свойствами и высокой адгезией к металлам, что не маловажно для получения термостойких и электроизоляционных лаков на их основе [15].

Полимерные композиционные материалы получают механическим и реакционным смешением. Первый процесс сводится к простому механическому перемешиванию растворов полимеров, при этом чаще происходит смешение на молекулярном уровне. Большое внимание привлекает реакционное смешение, т.е. введение модифицирующего полимера в процессе получения исходного высокомолекулярного соединения, при котором возможны взаимодействия между молекулами разноименных компонентов смеси. В данном случае достижение совмещения компонентов больше происходит на сегментальном уровне [16]. Поэтому во избежание процесса макромолекулярных реакций между полифункциональными полимерами при введении в акрилоциклический сополиимид добавки сополимера акриловой кислоты и акриламида целесообразно использовать механический метод смешения компонентов.

На первом этапе для определения влияния вводимых добавок данного сополимера (состава акриловая кислота : акриламид = 30:70 моль%) были

получены полимерные смеси с различным содержанием сополимера (0.35; 0.5; 1.0; 2.0 мас%) в растворе сополиимида-1 (АБ:ДФО = 90:10 моль%) и сополиимида-2 (АБ:ДФО = 85:15) методом механического смешения. Для этого в раствор сополиимида (30 мас% в растворе метилпирролидона) добавляли необходимое количество сухой навески добавки из расчета, чтобы состав смеси составил – сополиимид – 99.65–98.0, сополимер – 0.35–2.0 мас%. Затем образовавшуюся смесь перемешивали в течение 2 ч при 40°C, превышение этой температуры способствует процессу макромолекулярных реакций между кислотными группами сополимера и амидокислотными группами сополиимида, приводящих к гелеобразованию. Также следует отметить, что выбор для получения композиций сополиимидов, синтезированных при указанных соотношениях диангидридов, связан с достаточно высокими значениями их приведенной вязкости, приемлемыми для формования качественных пленок [17]. Приведенные количества вводимого в сополиимид сополимера являются оптимальными, поскольку при содержании сополимера в полимерной смеси менее 0.35 мас% улучшения термостойкости и прочности композиционной пленки в сравнении с исходной сополиимидной пленкой не происходит, а повышение его количества более 2.0 мас% – приводит к нарушению однородности материала, вследствие ограниченного растворения данного сополимера в используемом растворителе.

Взаимодействия, которые могут происходить при получении полимерных смесей сополиимид-1+сополимер и сополиимид-2+сополимер, были изучены методом инфракрасной (ИК) спектроскопии (Nicolet 5700 “Thermo Electron Corporation”, США) в спектральной области 500-4000см⁻¹. Полученные спектры композиций на основесополиимида-1 и различных количествах сополимера акриловой кислоты и акриламида приведены на рисунке 1.

Известно [18], что в системах с участием двух полимеров, содержащих такие группы как карбоксильная, амидная, гидроксильная, возможно взаимодействие с образованием между ними водородной связи. Образование Н-связиотражается смещением частоты в ИК спектре.

В используемой добавке – сополимере акриловой кислоты и акриламида, содержатся О-Н группы акриловой кислоты и NH₂-группы акриламида. Поэтому функциональные группы сополимера могут участвовать в образовании как внутримолекулярных, так и межмолекулярных Н-комплексов. Такие же, как в сополимере, функциональные группы содержатся в остаточных количествах (до 10% [19]) в недоимидизованных амидокислотных звеньях сополиимида, которые могут вступать во взаимодействие с сополимером. При этом в межмолекулярном комплексобразовании сополимера ссополиимидом при их механическом смещении при 40°C, по-видимому, участвуют функциональные группы, свободные от самоассоциативного состояния.

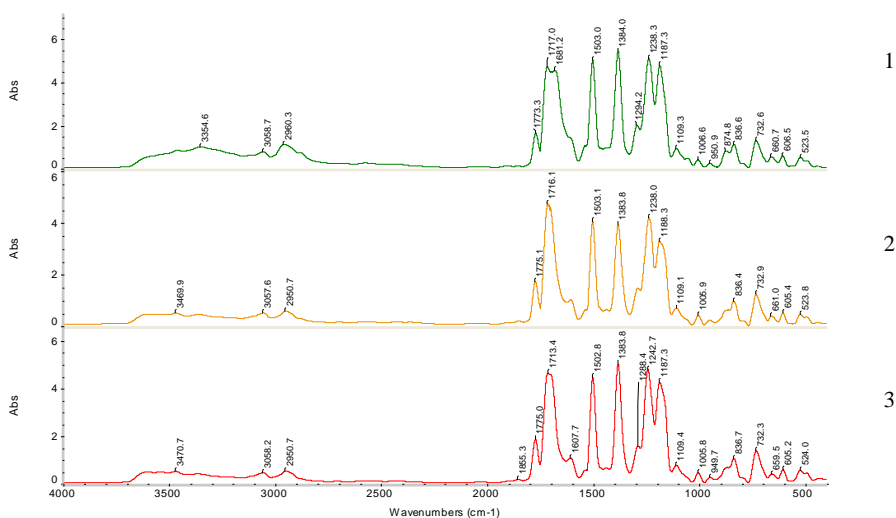


Рисунок 1 – ИК спектры композиций на основе сополиимида-1 с добавками 0.5 мас% (1); 1.0 мас% (2); 2.0 мас% (3) АК-АА в растворе метилпирролидона между стеклами КВг

В полимерной смеси, состоящей из 98.0–99.65 мас% сополиимида, полосы поглощения его имидных групп ($1713\text{--}1773\text{ см}^{-1}$, $\text{C}=\text{O}$) перекрывают характеристические полосы валентных колебаний остаточных амидокислотных групп сополиимида, прописывающихся в области 1705 , $\text{C}=\text{O}$ карбоксила, и 1650 см^{-1} , N-H амидогруппы, и функциональных групп вводимого сополимера, см^{-1} : 1714 ($\text{C}=\text{O}$ кислоты), 1670 ($\text{C}=\text{O}$) и 1610 (N-H) амида (рис. 1). Однако в спектрах композиций с различным содержанием вводимой добавки (рисунок 1) в сравнении с исходным сополиимидом (рисунок 2) имеются незначительные изменения, которые могут быть результатом взаимодействия между сополиимидом и сополимером. Так, при содержании в полимерной смеси $0.5\text{ мас}\%$ сополимера его функциональные группы взаимодействуют с амидокислотной группой сополиимида-1, в результате этого в ИК спектре (рисунок 1, спектр 1) характеристическая полоса $\text{C}=\text{O}$ этой амидокислотной группы вследствие H -комплексобразования с вводимой добавкой смещается и прописывается в области 1681 см^{-1} . При использовании в композиции $1.0\text{ мас}\%$ сополимера акриловой кислоты и акриламида, по-видимому, его функциональные группы, в основном, участвуют во внутримолекулярном взаимодействии. Поэтому групп, образующих межмолекулярный H -комплекс с сополиимидом-1, незначительное количество. Исходя из этого, в ИК спектре композиции (рис.1, спектр 2) наблюдается единый пик в области 1716 см^{-1} , отвечающий за колебание $\text{C}=\text{O}$ имида, перекрывающий полосы амидокислотных групп. Дальнейшее увеличение количества вводимой добавки ($2.0\text{ мас}\%$) приводит к H -комплексобразованию между функциональными группами компонентов полимерной смеси. При этом характеристическая полоса $\text{C}=\text{O}$

имидной группы сополиимида немного расширяется и прописывается в области $\sim 1713\text{--}1695\text{ cm}^{-1}$ (рис.1, спектр 3). Поскольку имидная группа не может участвовать в комплексообразовании с сополимером, указанные изменения в спектре (рисунок 1, спектр 3) следует отнести к амидокислотной группе сополиимида. Подтверждением образования Н-связи является также широкая полоса в области $3200\text{--}3700\text{ cm}^{-1}$, отвечающая за колебание О-Н и N-Н связей сополиимида-1 [12]. В результате указанного взаимодействия сополимер акриловой кислоты и акриламида равномерно распределяется в сополиимидной матрице, что способствует совместимости компонентов полимерной смеси и получению в дальнейшем качественного материала из ее раствора [20].

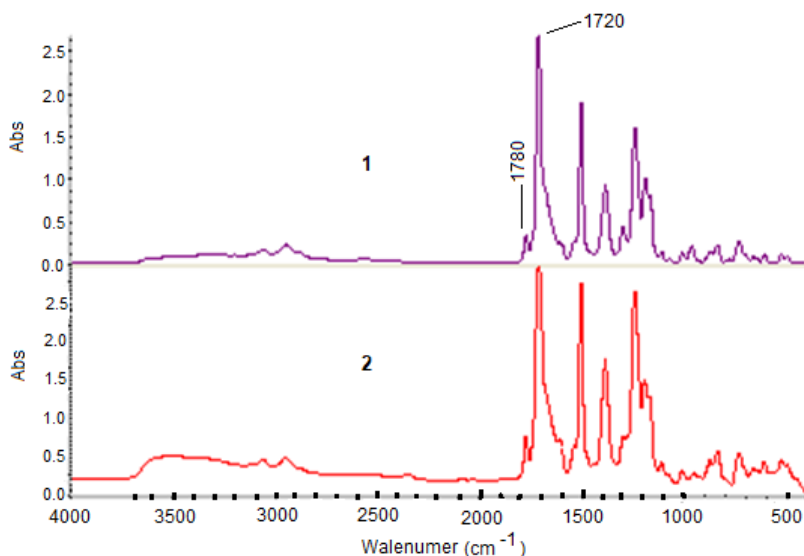


Рисунок 2 – ИК-спектры сополиимида-1 (1) и сополиимида-2 (2) в растворе метилпирролидона, в тонком слое на стекле КВг

В спектрах композиций на основе сополиимида-2 и сополимера акриловой кислоты и акриламида каких-либо особенностей не наблюдалось. На основании проведенных ИК спектроскопических исследований композиций из сополиимида-2 сделаны аналогичные вышеописанным для композиций на основе сополиимида-1 заключения.

Для получения пленок проводили разбавление реакционного раствора сополиимид-1 + АК-АА; сополиимид-2 + АК-АА до 20–22 мас% метилпирролидоном. Композиционные пленки получали в соответствии с методиками, приведенными выше в экспериментальной части. Предполагаем, что при обработке пленки при температуре 140°C , Н-комплексообразование между компонентами композиционного материала разрушается, однако совместимость сохраняется. Полученные пленки светло-коричневого цвета, с гладкой поверхностью, прозрачные,

однородные, без видимых дефектов. Для более полной имидизации сополиимидной матрицы пленку, высушенную при температуре 140°C в течение 1 ч дополнительно подвергали термообработке при 250°C в течение 0.5 ч. При этом параллельно с доциклизацией сополиимидов, по нашему мнению, возможно образование частичной сшивки по функциональным группам полимеров (реакция полимераналогичного превращения), образование пространственных структур, меняющих морфологию композиционного материала, вследствие незначительных количеств добавки (0.5–2 мас%) не происходит. Следует отметить, что в предполагаемой частичной межмолекулярной сшивке могут участвовать как ОН-группа амидокислоты сополиимидов с NH₂-группой акриламида сополимера, так и ОН-группа акриловой кислоты сополимера с NH₂-группой сополиимидов с образованием межмолекулярной имидной связи, аналогично приведенному в работе [17].

Таким образом, ИК спектроскопическими исследованиями показано, что в результате взаимодействия между функциональными группами полимеров в полимерной смеси происходит образование межмолекулярных Н-связей. При дополнительной термообработке пленки при температуре до 250°C возможна частичная межмолекулярная сшивка между разноименными функциональными группами сополиимидов и сополимера акриловой кислоты и акриламида. Указанные взаимодействия между функциональными группами компонентов полимерной смеси могут, соответственно, способствовать совместимости компонентов в композиционном материале [20], а также улучшению его термостойкости и прочности.

Для подтверждения выводов, сделанных на основании экспериментальных и ИК спектроскопических исследований, методами термогравиметрии и растяжения образца с постоянной скоростью деформирования проведена оценка, соответственно, термостойкости (по температуре начала разложения, T_{н.р.}) и механических свойств (прочность на разрыв, σ_{рз}, относительное удлинение, ε_{рз}) разработанных композиционных пленок. Проведенными исследованиями пленок из полимерных смесей сополиимидов с сополимером акриловой кислоты и акриламида установлено, что их указанные свойства в сравнении с исходной сополиимидной пленкой улучшаются.

На кривой ТГА композиционной пленки на основе сополиимидов-1 и 1.0 мас% взятой для исследования добавки (рисунок 3), на начальном участке до 100°C наблюдается выделение незначительных количеств конденсационной воды. В области температур 200–300°C удаляются остатки растворителя, содержащиеся в порах, поскольку пленки на основе арилалициклических сополиимидов являются пористым материалом [21]. Дальнейшее воздействие температуры на образец приводит к распаду имидного цикла сополиимидов (T_{н.р.} = 420°C). При температурах выше 460°C протекают более глубокие деструктивные процессы [17].

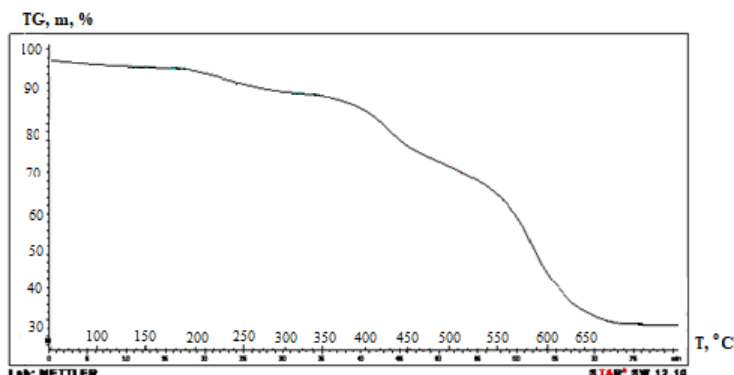


Рисунок 3 – Кривая термогравиметрического анализа композиционной пленки на основе сополиимида-1 + 1.0 мас% АК-АА, термообработанной до 250°C

Результаты исследования термических и физико-механических свойств полученных композиционных пленок на основе сополиимида-1 и сополиимида-2 с добавками сополимера приведены в таблице. Как видно из таблицы 1 изучаемые пленки обладают более высокими в сравнении с исходными сополимерами термическими и механическими характеристиками, при этом наилучшие показатели у пленок, полученных из исходных композиций состава: сополиимид-1 или сополиимид-2 – 98.0, АК-АА – 2.0 мас%. Выявленное повышение термостойкости и прочности композиционного материала, по-нашему мнению, связано с частичной межмолекулярной сшивкой между функциональными группами компонентов смеси. Незначительное улучшение эластичности материала, характеризуемое относительным удлинением, обусловлено пластифицирующим действием добавки.

Таблица 1 – Термические и физико-механические свойства композиционных пленок на основе сополиимид-1 и сополиимид-2 с АК-АА

Пленка, состав, мас%	$T_{н.р.}, ^\circ\text{C}$	$\sigma_{рз}, \text{МПа}$	$\varepsilon_{рз}, \%$
99.65 сополиимида-1+0.35 АК-АА/ 99.65 сополиимида-2+0.35 АК-АА	410/412	152/163	29/28
99.5 сополиимида-1+0.5 АК-АА / 99.5 сополиимида-2+0.5 АК-АА	416/420	155/158	28/27
99.0 сополиимида-1+1.0 АК-АА / 99.0 сополиимида-2+1.0 АК-АА	420/423	158/164	26/24
98.0 сополиимида-1+2.0 АК-АА / 98.0 сополиимида-2+2.0 АК-АА	424/428	171/176	23/22
Сополиимид-1/сополиимид-2*	405/408	150/162	20/17

* – данные работы [15], приведенные для сравнения

4. Заключение

Получены полимерные смеси на основе сополиимида-1и сополиимида-2с сополимером акриловой кислоты и акриламида при соотношении сополиимид : сополимер = 99.65–98.0 : 0.35–2.0. Методом ИК спектроскопии установлено, что в композиции в зависимости от количества вводимого в сополиимид добавки между ними происходит Н-комплексобразование, способствующие совместимости компонентов смеси.

На основе полученных полимерных смесей сформованы композиционные пленки, найдены условия получения пленок с улучшенными свойствами. Методами физико-химического анализа определены их термостойкость и физико-механические свойства. Найдено, что температура начала разложения пленок в зависимости от состава повышается на 5–23°C, прочность – на 5–14 МПа, а эластичность – на 3–11% в сравнении с исходными сополиимидами.

Показано, что повышение термостойкости и прочности композиционного материала связано с частичной межмолекулярной сшивкой между функциональными группами компонентов смеси, а эластичности материала – с пластифицирующим действием добавки. Отмечено, что указанная сшивка возможна при дополнительной термообработке пленки до 250°C.

Финансирование работы: Работа выполнена в Институте химических наук им. А.Б. Бектурова по программе целевого финансирования научных исследований на 2021–2023 годы, осуществляемого Комитетом науки Министерства образования и науки Республики Казахстан, по проекту № BR10965255 «Иновационные материалы полифункционального назначения на основе природного сырья и техногенных отходов» по программе целевого финансирования.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

АЛИЦИКЛДІ СОПОЛИИМИД ПЕН АКРИЛАМИДТІ АКРИЛ ҚЫШҚЫЛЫНЫҢ СОПОЛИМЕРІНЕ НЕГІЗДЕЛГЕН КОМПОЗИЦИЯЛЫҚ МАТЕРИАЛДАР

*М. Б. Умерзакова¹, Р.М. Искаков², Р. Б. Сариева¹,
Ж.Н. Кайнарбаева¹, А.А. Еспенбетов¹*

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

²Satbayev University, Алматы, Қазақстан

*E-mail: zhaniya_90nk@mail.ru, umerzak@mail.ru

Түйіндеме. *Kіріспе.* Полимерлі материалтану саласындағы прогресс негізінен матрицалық полимерге, олардың қасиеттеріне байланысты полимердің сипаттамаларын жақсартатын модификациялық қоспаларды енгізу арқылы жасалған жаңа композициялық материалдарды әзірлеумен байланысты. *Жұмыстың мақсаты* акриламидпен акрил қышқылының сополимерімен модификацияланған диаминодифенил эфирі бар трициклотетракарбон және дифенилоксид тетракарбон қышқылдарының диангидридтері негізінде сополиимид арқылы алынған термиялық және механикалық қасиеттері жақсартылған композициялық материалдарды алу болып табылады. *Нәтижелер және талқылау.* Акрил қышқылы және акриламидтің сополимерімен біріктірілген арилалициклді құрылымды сополиимидтердің полимерлі композицияларын, сондай-ақ олардың негізінде композициялық материалдарды (пленкаларды) алу шарттарын таңдау бойынша

зерттеулер жүргізілді. Қосылған компоненттің мөлшері 0,35-тен 2,0 мас % ұлғайған кезде полимер қоспасында біркелкілік сақталатыны анықталды. Бұл полимер қоспаларының түзілуі кезінде қоспаның біртектілігін, яғни оның компоненттерінің үйлесімділігін анықтайтын сутектік байланыстардың түзілуімен зерттелетін полимерлердің функционалды топтарының өзара әрекеттесуі инфрақызыл (ИК) спектроскопия әдісімен көрсетілген. 250°C аспайтын температурада пленкаларды қосымша термиялық өңдеу кезінде сополиимидтің функционалды топтары мен акрил қышқылының акриламидпен қосылған сополимері арасында молекулааралық имидтік байланыстың түзілуімен ішінара айқаспалы байланыс болатыны атап өтілді. Жасалған композициялық пленкалардың ыстыққа төзімділігі мен механикалық қасиеттерін анықтау үшін термогравиметрия және тұрақты деформация жылдамдығында үлгіні созу әдісі қолданылды. Пленканың ыстыққа төзімділігі мен беріктігінің жоғарылауы қоспаның компоненттері арасында ішінара молекулааралық айқаспалы байланыстың пайда болуымен түсіндіріледі; материалдың икемділігінің шамалы жоғарылауы қоспаның пластификациялық әсеріне байланысты. *Қорытынды.* Полимерлі қоспалар алынды және олардың негізінде композициялық пленкалар түзілді.

Түйін сөздер: полиимидтер, алициклді диангидрид, хош иісті диангидрид, акрил қышқылы мен акриламид сополимері, композициялық пленкалар, қасиеттері

<i>Умерзакова Майра Бердигалиевна</i>	<i>Химия ғылымдарының докторы, профессор</i>
<i>Искаков Ринат Маратович</i>	<i>Химия ғылымдарының докторы, профессор</i>
<i>Сариева Рахима Баймухаметовна</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Кайнарбаева Жания Нурбековна</i>	<i>Магистр</i>
<i>Еспенбетов Асылбек Алимбекович</i>	<i>Химия ғылымдарының докторы</i>

Список литературы

1. Yudin V.E., Bugrov A.N., Didenko A.L. Composites of multiblock (segmented) aliphatic poly(esterimide) with zirconia nanoparticles: Synthesis, mechanical properties, and pervaporation behavior. *Polym. Sci. Ser. B*, **2014**, *56*, 6, 576-583. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1560090414060165>
2. Meleshko T.K., Sushchenko I.G., Bogorad N.N., Gofman I.V., Svetlichnyi V.M., Rozova E.Yu., El'yashevich G.K., Kudryavtsev V.V., Yakimanskiy A.V. Conducting film-forming composites based on polyaniline-polyimide blends. *Polym. Sci. Ser. A*, **2009**, *51*, 3, 311-316. DOI: <https://doi.org/10.1134/S0965545X09030109>
3. Rehman Sh., Li P., Zhou H.-W., Zhao X.-G., Dang G.-D., Chen Ch.-H. Thermally and hydrolytically stable-27-polyimides containing naphthalimide units. *Polym. Degr. and Stab.*, **2012**, *97*, 9, 1581-1588. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.polyimdegradstab.2012.06.035>
4. Nikolaeva A. L., Gofman I. V., Yakimanskii A. V., Ivankova E.M., Abalov I.V., Baranchikov A.E., Ivanov V.K. Polyimide-Based Nanocomposites with Binary CeO₂/Nanocarbon Fillers: Conjointly Enhanced Thermal and Mechanical Properties. *Polymers*, **2020**, *12*, 9, 1952. DOI: <http://dx.doi.org/10.3390/polym12091952>
5. Bayminov B.A., Zabegaeva O.N., Sapozhnikov D.A., Vygodskii Ya.S. Trends in the synthesis of polyimides and their Nanocomposites. *J. Nesmeyanov Inst. Organoeol. Comp. Russ. Academy Sci "INEOS OPEN"*, **2021**, *4*, 3, 78-89. DOI: <https://doi.org/10.32931/iao2114r>
6. Крутько Э. Т., Прокопчук Н.Р. Перспективные пути создания термостойких материалов на основе полиимида. Труды БГТУ. Сер. «Химия и химическая технология органических веществ, материалов и изделий», **2013**, *4*, 145-150. DOI: <http://dx.doi.org/10.15688/jvolsu10.2014.3.4>
7. Крутько Э. Т., Прокопчук Н.Р., Глоба А.И. Химическая модификация полипиромеллитимида. *Полимерные материалы и технологии*, **2017**, *3*, 1, 33-46. <https://elib.belstu.by/handle/123456789/22319> (Дата обращения 27.03.2023).
8. Патент РФ 2409599. Полиимиды и сополиимиды, предназначенные для изготовления гидrolитически и термически устойчивых полиимидных материалов. Новаков И.А., Орлинсон Б.С., Брунилин Р.В., Потаенкова Е.А., **2011**.

9. Патент Беларуси ВУ 11322. Полиимидная композиция для защиты кристаллов полупроводниковых приборов и интегральных схем. Крутько Э.Т., Глоба А.И., Галиева Ж.Н., Жарская Т.А., Глоба И.И., **2008**. <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=32832353> (Дата обращения 27.03.2023)
10. Kravtsova V.D., Umerzakova M.B., Korobova N.Ye., Sarieva R.B. Obtaining and investigation of new metal-containing polymer compositions based on acyclic polyimide. *Russ. J. Appl. Chem.*, **2017**, *90*, 11, 1833-1839. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1070427217110167>
11. Патент РФ 2673294. Способ металлизации полиимидной пленки. Гапанович М.В., Тихонина Н.А., Новиков Г.Ф., **2018**. <https://patentimages.storage.googleapis.com/94/e8/76/73308b16433e7f/RU2673294C2.pdf> (Дата обращения 27.03.2023).
12. Гордон А., Форд Р. Спутник химика. М.: Мир, **1976**, 437-444, 202.
13. Умерзакова М.Б., Исаков Р.М., Сариева Р.Б., Еспенбетов А.А., Кайнарбаева Ж.Н. Некоторые особенности получения композиционных материалов на основе алициклического (со)полиимида и полиэтиленгликоля. *Хим. журн. Каз.*, **2022**, *2*, 159-171. DOI: <https://orcid.org/0000-0003-1566-4611>
14. Исаков Р.М., Батырбеков Е.О., Сулейменов И.Э., Бектуров Е.А., Жубанов Б.А. Полимерные биополимеры. Алматы: *Print-S*, **2006**, 270 с.
15. Semjonov S. L., Sapozhnikov D. A., Yerin D.Yu., Zabegaeva O. N., Kushtavkina I. A., Nishchev K.N., Vygodskii Ya.S., Dianov Ye. M. High-temperature polyimide coating for optical fibres. *Quantum Electronics*, **2015**, *45*, *4*, 330-332. DOI: <http://dx.doi.org/10.1070/QE2015v045n04ABEH015720>
16. Кабанов В.А. Энциклопедия полимеров. Москва, *Сов. Энци.*, **1974**, *2*, 728-730.
17. Umerzakova M.B., Kravtsova V.D., Sarieva R.B. Composites based on alicyclic polyimide and polyacryl amide. *Russ. J. Appl. Chem.*, **2020**, *93*, *11*, 1674-1679. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1070427220110075>.
18. Мун Г.А., Нуркеева З.С., Хуторянский В.В., Уркимбаева П.И., Бектуров Е.А. Межмакромолекулярные комплексы и композиционные материалы на их основе. Алматы, **2018**, 136 с. <https://pps.kaznu.kz/ru/Main/FileShow2/130180/128/1/534/2018/> (дата обращения 27.03.2023).
19. Zhubanov B.A., Isakov R.M., Sarieva R.B., Abadie M. New film composites based on alicyclic polyimide. *Russ. J. Appl. Chem.*, **2007**, *80*, *5*, 833-837. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1070427207050278>
20. Баженов С.Л., Берлин А.А., Кульков А.А., Ошмян В.Г. Полимерные композиционные материалы. Прочность и технологии. М.: Интеллект, **2010**, 352 с. <http://www.id-intellect.ru/books/section-5/product-27/> (дата обращения 27.03.2023).
21. Zhubanov B.A., Matnshyan A.A., Kravtsova V.D., Umerzakova M.B., Isakov R.M. Composites Based on Doped Polyaniline and Polyimide with Tricyclodecene Structures in the Backbone. *Rus. J. Appl. Chem.*, **2011**, *84*, *11*, 1931-1935. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1070427211110164>

References

1. Yudin V.E., Bugrov A.N., Didenko A.L. Composites of multiblock (segmented) aliphatic poly(esterimide) with zirconia nanoparticles: Synthesis, mechanical properties, and pervaporation behavior. *Polym. Sci. Ser. B*, **2014**, *56*, *6*, 576-583. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1560090414060165>
2. Meleshko T.K., Sushchenko I.G., Bogorad N.N., Gofman I.V., Svetlichnyi V.M., Rozova E.Yu., El'yashevich G.K., Kudryavtsev V.V., Yakimanskiy A.V. Conducting film-forming composites based on polyaniline-polyimide blends. *Polym. Sci. Ser. A*, **2009**, *51*, *3*, 311-316. DOI: <https://doi.org/10.1134/S0965545X09030109>
3. Rehman Sh., Li P., Zhou H.-W., Zhao X.-G., Dang G.-D., Chen Ch.-H. Thermally and hydrolytically stable-27-polyimides containing naphthalimide units. *Polym. Degr. and Stab.*, **2012**, *97*, *9*, 1581-1588. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2012.06.035>
4. Nikolaeva A. L., Gofman I. V., Yakimanskiy A. V., Ivankova E.M., Abalov I.V., Baranchikov A.E., Ivanov V.K. Polyimide-Based Nanocomposites with Binary CeO₂/Nanocarbon Fillers: Conjointly Enhanced Thermal and Mechanical Properties. *Polymers*, **2020**, *12*, *9*, 1952. DOI: <http://dx.doi.org/10.3390/polym12091952>
5. Bayminov B.A., Zabegaeva O.N., Sapozhnikov D.A., Vygodskii Ya.S. Trends in the synthesis of polyimides and their Nanocomposites. *J. Nemesyanov Inst. Organoel. Comp. Russ. Academy Sci "INEOS OPEN"*, **2021**, *4*, *3*, 78-89. DOI: [10.32931/io2114r](https://doi.org/10.32931/io2114r).

6. Krutko E.T., Prokopchuk N.R. *Perspektivnye puti sozdaniya termostojkikh materialov na osnove poliimida* [Prospective production ways of new heat-resisting materials based on polyimides]. *Materialy Bel. Gos. Tekhnich. Univer. Seriya. Khimiya i tekhnologiya organicheskikh veshchestv, material i izdeliy* [Proc. Belarusian State Technol. University. Ser. Chemistry and technol. org. substances, materials and products], **2013**, No 4, 145-149. (in Russ.). DOI: <http://dx.doi.org/10.15688/jvolsu10.2014.3.4>
7. Krutko E.T., Prokopchuk N.R., Globa A.I. *Himicheskaja modifikacija polipiromellitimida*. [Chemical modification of polypyromellitimide]. *Polimernye materialy i tekhnologii*, **2017**, 3, No 1, 33-46. (in Russ.).
8. Patent RF 2409599. *Poliimidy i sopoliimidy, prednaznachennye dlya izgotovleniya gidroliticheski i termicheski ustojchivykh poliimidnykh materialov* [Polyimides and copolyimides intended for the manufacture of hydrolytically and thermally stable polyimide materials], Novakov I.A., Orlinson B.S., Brunilin R.V., Potaenkova E.A., **2011**.
9. Patent RB 11322. *Poliimidnaya kompozitsiya dlya zashchity kristallov poluprovodnikovyykh priborov i integral'nykh skhem* [Polyimide composition for protecting crystals of semiconductor devices and integrated circuits], Krut'ko E.T., Globa A.I., Galieva Zh.N., Zharskaya T.A., Globa I.I., **2008**. <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=32832353> (accessed on 3 March 2023).
10. Kravtsova V.D., Umerzakova M.B., Korobova N.Ye., Sarieva R.B. Obtaining and investigation of new metal-containing polymer compositions based on alicyclic polyimide. *Russ. J. Appl. Chem.*, **2017**, 90, 11, 1833-1839. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1070427217110167>
11. Patent RF 2673294. *Sposob metalizatsii poliimidnoyi plenki* [The method of metallization of polyimide film], Gapanovich M.V., Tikhonina N.A., Novikov G.F., **2018**. <https://patentimages.storage.googleapis.com/94/e8/76/73308b16433e7f/RU2673294C2.pdf> (accessed on 3 March 2023).
12. Gordon A., Ford R. *Sputnik khimika* [Chemist 's Satellite]. Moscow, Mir, 1976, 437-444, 202. (in Russ.).
13. Umirzakova M.B., Iskakov R.M., Sarieva R.B., Espenbetov A.A., Kaynarbayeva Zh.N. *Nekotorye osobennosti poluchenija kompozitsionnykh materialov na osnove aliciklicheskogo (so)poliimida i polijetilenglikolja*. [Some features of obtaining composite materials based on alicyclic (co)polyimide and polyethylene glycol]. *Chem. J. Kaz.*, **2022**, 2, 159-171. (in Russ.). DOI: <https://orcid.org/0000-0003-1566-4611>
14. Iskakov R.M., Batyrbekov E.O., Suleyimenov I.E., Bekturov E.A., Zhubanov B.A. *Polimernye biomaterialy* [Polimeric biomaterials]. Almaty, Print-S, **2006**, 270 p. (In Russ.).
15. Semjonov S. L., Sapozhnikov D. A., Yerin D. Yu., Zabegaeva O. N., Kushtavkina I. A., Nishchev K. N., Vygodskii Ya. S., Dianov Ye. M. High-temperature polyimide coating for optical fibres. *Quantum Electronics*, **2015**, 45, 4, 330-332. DOI: <http://dx.doi.org/10.1070/QE2015v045n04ABEH015720>
16. Kabanov V.A. *Entsiklopediya polimerov* [Encyclopedia of Polymers]. Moscow, Sov. Ents., **1974**, 2, 728-730. (In Russ.).
17. Umerzakova M.B., Kravtsova V.D., Sarieva R.B. Composites based on alicyclic polyimide and polyacrylamide. *Russ. J. Appl. Chem.*, **2020**, 93, 11, 1674-1679. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1070427220110075>
18. Mun G.A., Nurkeeva Z.S., Khutoryanskiy V.V., Urkimbaeva P.I., Bekturov E.A. *Mezhamakromolekulyarnye kompleksi kompozitsionnye materialy na ikh osnove*. [Inter macromolecular complexes and composite materials based on them.]. Almaty, **2018**, 10-12. (In Russ.). <https://pps.kaznu.kz/ru/Main/FileShow2/130180/128/1/534/2018/> (accessed on 3 March 2023).
19. Zhubanov B.A., Iskakov R.M., Sarieva R.B., Abadie M. New film composites based on alicyclic polyimide. *Russ. J. Appl. Chem.*, **2007**, 80, 5, 833-837. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1070427207050278>
20. Bazhenov S.L., Berlin A.A., Kul'kov A.A., Oshmyan V.G. *Polimernye kompozitsionnye materialy. Prochnost' i tekhnologii*. [Polymer composite materials. Strength and technology]. Moscow: Intelekt, **2010**, 352 p. (In Russ.). <http://www.id-intellect.ru/books/section-5/product-27/> (accessed on 3 March 2023).
21. Zhubanov B.A., Matnishyan A.A., Kravtsova V.D., Umerzakova M.B., Iskakov R.M. Composites Based on Doped Polyaniline and Polyimide with Tricyclodecene Structures in the Backbone. *Rus. J. Appl. Chem.*, **2011**, 84, 11, 1931-1935. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1070427211110164>

HYDROGENATION OF POLY- α -OLEFINIC COMPOUNDS OVER PALLADIUM AND PALLADIUM-NICKEL CATALYSTS

К. Toshtay

Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

E-mail: kainaubek.toshtay@gmail.com

Abstract. *Introduction.* Poly- α -olefinic compounds are a component of base oils obtained by catalytic polymerization of linear α -olefins with subsequent hydrogenation, used for aviation and ground technology, and occupy an important place in the industry. Products of oligomerization contain one double bond; which needs to be hydrogenated to make it resistant to various chemical transformations during the production of lubricating oils. *Methodology.* Hydrogenation was carried out in an autoclave, which allows maintaining a constant temperature and pressure of hydrogen with measurement of the volume of absorbed hydrogen, excluding external diffusion inhibition. Catalysts were characterized by the following methods: specific surface area by BET, and particle size by transmission electron microscopy. The product of the reaction was characterized by the following methods: density, bromine number, IR, kinematic viscosity, and freezing point. *Results and discussion.* For the hydrogenation of poly- α -olefinic compounds, 0.5–1.0% Pd catalysts applied to modified natural diatomite clay are proposed. It is shown that modification with additional nickel leads to a decrease in activity. *Conclusion.* It has been found that palladium catalysts carry out the process under milder conditions, exhibit higher activity compared to nickel catalysts, significantly reduce the process time, and provide a higher degree of hydrogenation. The activity of bimetallic catalysts is lower than that of palladium catalysts. The physicochemical characteristics of polyalphaolefin oils have been determined.

It has been found that palladium catalysts carry out the process in milder conditions, show higher activity compared to nickel catalysts, significantly reduce the process time, and provide a higher degree of hydrogenation. The activity of bimetallic catalysts is lower than that of palladium catalysts.

Keywords: hydrogenation, palladium, nickel, diatomite, the catalyst, poly- α -olefin oils, activity, bimetallic catalyst, bromine number, kinematic viscosity, freezing point

Toshtay *PhD, Senior Lecturer. E-mail: kainaubek.toshtay@gmail.com;*
Kainaubek *<https://orcid.org/0000-0003-1182-7460>*

ПАЛЛАДИЙ ЖӘНЕ ПАЛЛАДИЙ-НИКЕЛЬ КАТАЛИЗАТОРЛАРЫНДА ПОЛИ- α - ОЛЕФИН ҚОСЫЛЫСТАРЫН ГИДРЛЕУ

К. Тоштай

Әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті, Алматы, Қазақстан

E-mail: kainaubek.toshtay@gmail.com

Түйіндемe. *Кіріспе.* Поли- α -олефинді қосылыстар сызықты альфа-олефиндердің каталитикалық полимерленуінен кейін гидрлеу нәтижесінде алынған негізгі майлардың құрамдас бөлігі, авиациялық және жерүсті техникасы үшін пайдаланылады және өнеркәсіпте маңызды орын алады. Олигомеризация өнімдерінде бір қос байланыс бар; майлау майларын өндіру кезінде әртүрлі

Citation: Toshtay K. Hydrogenation of poly- α -olefin oils over palladium and palladium-nickel catalyst. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 3(83), 28-36. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.25>

химиялық өзгерістерге төзімділік беру үшін гидрленуі қажет. *Әдістеме.* Гидрлеу процесі автоклавта жүргізілді, бұл сыртқы диффузияның тежелуін болдырмай, сіңірілген сутегі көлемін өлшей отырып, сутегінің тұрақты температурасы мен қысымын сақтауға мүмкіндік берді. Дайындалған катализаторлардың меншікті бетінің ауданы BET әдісімен, трансмиссиялық электронды микроскоп арқылы бөлшектердің өлшемдері анықталды. Сондай-ақ полиальфаолефиндік майлардың және реакция өнімдерінің тығыздығы, бром саны, инфрақызыл спектроскопиясы және кинематикалық тұтқырлығы анықталды. *Нәтижелер және талқылау.* Поли- α -олефинді қосылыстарын гидрлеу реакциясында модификацияланған табиғи саз диатомитіне отырғызылған 0.5-1.0% Pd катализаторлары жасалды. Оларды никель қоспаларымен өзгерту активтіліктің төмендеуіне әкелетіні көрсетілді. *Қорытынды.* Палладий катализаторлары никель катализаторларымен салыстырғанда процесі неғұрлым жұмсақ жағдайда жүргізетіні, жоғары активтілік көрсететіні, процесс уақытын едәуір қысқартып, гидрлеудің жоғары дәрежесін қамтамасыз ететіні анықталды. Сонымен қатар, биметалл катализаторларының активтілігі палладий катализаторларына қарағанда төмен болып келеді.

Кілт сөздер: гидрлеу, палладий, никель, диатомит, катализатор, поли- α -олефин майлары, активтілік, биметалдық катализатор, бром саны, кинематикалық тұтқырлық, кату температурасы

Тоштай Қайнаубек

PhD

1. Кіріспе

α -олефиндер негізінде жасалған синтетикалық майлар негізінен әмбебап автомобиль, барлық маусымдық мотор және трансмиссиондық майларын, гидравликалық сұйықтықтарды өндіру үшін, сондай-ақ тоңазытқыштарға, компрессорларға және жоғары температурада ауыр жүктемемен жұмыс істейтін басқа қондырғыларға арналған өнеркәсіптік май ретінде қолданылады. Олар қуатты дизельді орташа жылдамдықты қозғалтқыштар және тепловоздар үшін мотор майы ретінде де қолданылады [1,2].

Поли- α -олефин майлары (ПАОМ) синтез процесінде олигомерлердің молекулалық салмағын және олардың молекулалық-массалық таралуын реттей отырып, әртүрлі біртекті және гетерогенді қышқыл катализаторларында жоғары α -олефиндердің (мысалы, децен-1) олигомерленуі арқылы алынады [3-6]. α -олефиндердің олигомеризация өнімдерінде қанықпаған қос байланыстар бар, сондықтан олардың құрамындағы қос байланыстарды қанықтыру және тотығуға қарсы тұрақтылыққа қол жеткізу үшін гидрлеу процесі арқылы қол жеткізіледі [7,8]. ПАОМ -ды гидрлеу туралы қолжетімді әдебиеттер өте аз. Қазіргі уақытта ПАОМ- ды гидрлеу өнеркәсіптік жағдайларда жеткілікті жоғары активтілікке ие жоғары пайыздық дисперсті никель катализаторларда жүзеге асырылады. Тәжірибе көрсеткендей, олигомерлерді осы катализаторларда 260 °C-қа дейінгі температурада және 3 МПа-ға дейінгі қысымда гидрлеу кезінде олардың изомерленуі жүреді, бұл алынған өнімнің қасиеттеріне айтарлықтай әсер етеді. Атап айтқанда, кристалдану температурасы айтарлықтай жоғарылайды және алынған синтетикалық майларды одан әрі пайдалану шектеледі [9, 10]. Зерттеушілер синтетикалық майлардың гидрлеу процесінің жылдамдығын арттыру үшін катализатор ретінде әртүрлі металдарды, негізінен асыл металдарды пайдаланды. ПАОМ гидрлеу

процесінде палладий катализаторларын қолдану жеңіл жағдайларда гидрлеу процесін жүргізуге мүмкіндік береді [11-13].

Осы жұмыста активтендірілген диатомитке отырғызылған монометалдық Pd (0,5 және 1,0%) және биметалдық катализаторларды (1.0% Pd – 0.3% Ni және 1.0% Pd – 0.8% Ni) қолдана отырып, ПАО-4 ("ТАНЕКО", Нижнекамск қ., Татарстан Республикасы, Ресей) гидрлеу бойынша зерттеулер жүргізілді. Катализаторлар мен поли- α -олефин майларының физика-химиялық сипаттамалары, катализаторлардың активтілігі, сондай-ақ алынған өнімдердің гидрлену дәрежесі анықталды.

2. Экперименталды бөлім

2.1 Катализаторларды жасау әдісі

Монометалдық катализаторлар (0.5% Pd және 1.0% Pd/D) тасымалдаушыға адсорбция әдісімен PdCl₂ қолдану арқылы алынды (Активтелген диатомит-D). Биметаллды 1.0% Pd – 0.3% Ni және 1.0% Pd – 0.8% Ni/D катализаторлары белсендірілген диатомитке палладий мен никель хлоридтерін бірге адсорбциялау әдісімен дайындалды. Адсорбциядан кейін катализаторлар тазартылған сумен жуылып, 120 °C температурада 2 сағат бойы кептірілді.

2.2 Катализаторлар мен поли- α -олефин майларының физика-химиялық сипаттамалары.

Катализаторлардың дифрактограммалары D8 Advance A25 (Bruker) дифрактометрінде түсірілді. Жалпы меншікті беттік ауданы БЭТ әдісімен ASAP 2020 Micrometrics қондырғысында 77K-де жүргізілді. Катализаторлардың морфологиясы JEM-2010 электронды микроскопында ("JEOL", Жапония) зерттелді. ПАО және ПАОМ үлгілерінің инфрақызыл спектрлері 4 см⁻¹ сканерлеу қадамымен 400-4000 см⁻¹ диапазонында Perkin Elmer Spectrum 65 спектрометрінде түсірілді. ПАО мен ПАОМ-дағы C=C қос байланыстарының сандық құрамын сипаттайтын бром саны [14] әдістеме бойынша есептелді. ПАО және ПАОМ кинематикалық тұтқырлығын анықтау ISO 3104:2020 [15], тұтқырлық индексін есептеу ISO 2909:2002 [16] және тығыздығы ISO 1183-1:2019 [17] бойынша жүргізілді.

2.3 Каталитикалық гидрлеу

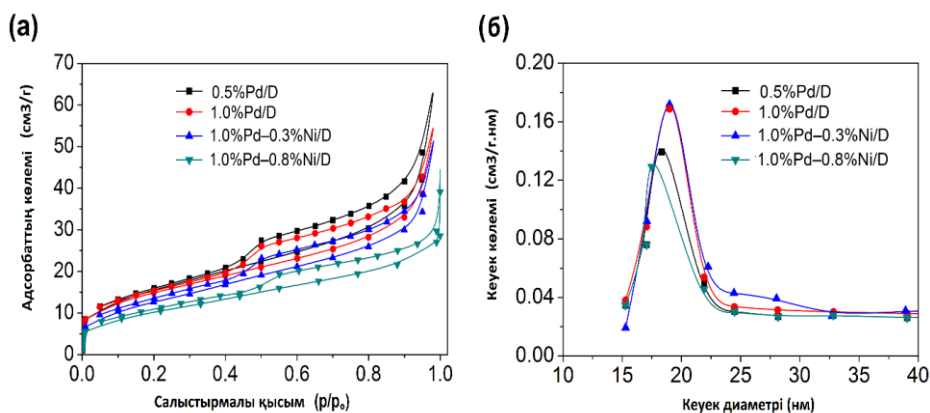
Гидрлеуді ішкі көлемі 100 мл болатын PARR-4848 (АҚШ) жоғары қысымды автоклапта жүргіздік. Реакция жылдамдығы бірлік уақыттағы көлемдік әдіспен өлшенді [18].

3. Нәтижелер және оларды талқылау

3.1 Катализаторлардың сипаттамасы

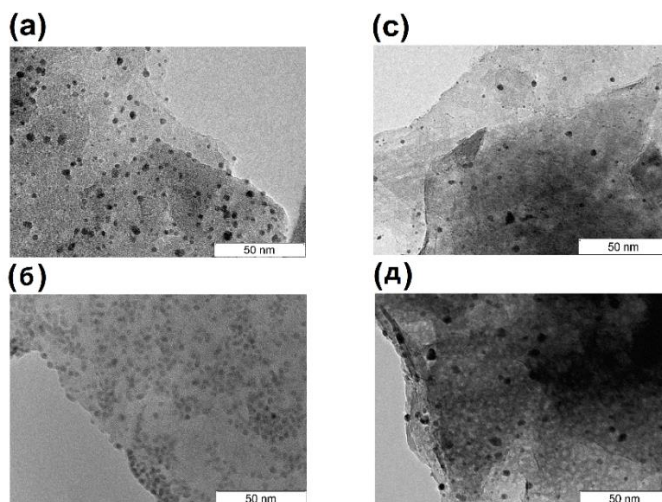
Азоттың адсорбция мен десорбция изотермалары және катализатор үлгілерінің мөлшері бойынша кеуектердің таралуы 1 а және 1 б-суреттерде көрсетілген. 1 а-суретте изотермалардың барлық түрлері IV типке сәйкес келеді, гистерезис ілмектерінің пішіні H₂ типіне жатады және мезокеуектегі газдардың капиллярлық конденсация процесін көрсететін тар, ашық ұштары

бар құбырлы кеуектері бар материалға жатады [20]. Алынған катализаторлардың кеуек диаметрі бойынша таралу қисықтары (сурет. 1 б) бір максимумға ие (12-23 нм). БДХ әдісімен есептелген 0.5% және 1.0% Pd/D катализаторларының кеуектерінің орташа диаметрі 19.0 нм, ал 1.0% Pd – 0.3% Ni/D және 1.0% Pd – 0.8% Ni/D катализаторларының кеуектерінің орташа диаметрі сәйкесінше 18.0 және 17.0 нм құрайды.



Сурет 1 – Дайындалған катализаторлардың адсорбция-десорбция изотермалары (а) және (б) өлшемдері бойынша кеуектердің таралу қисықтары.

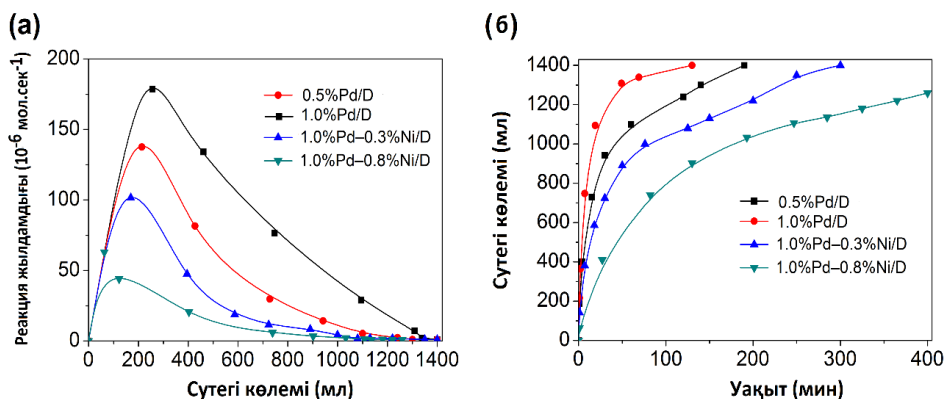
Моно және биметалл катализаторлардың ТЭМ суреттері 2-суретте көрсетілді. 2-суреттен (а және б) палладий бөлшектері тасымалдағыштың бетінде біркелкі орналасқанын көруге болады.



Сурет 2 – Катализаторлардың ТЭМ суреттері. (а) 0.5% Pd/D, (б) 1.0% Pd/D, (с) 1.0% Pd–0.3% Ni/D және (д) 1.0% Pd–0.8% Ni/D

3.2. Поли - α -олефин майларын гидрлеу (ПАО-4)

Дайындалған катализаторлар поли- α -олефин майын (ПАО-4) 110 °C температурада және араластыру жылдамдығы 800 айн/мин және сутегінің 1.0 МПа қысымында гидрлеу процесінде сыналды. 3 (а) - суретте реакция жылдамдығының сіңірілген сутегі көлеміне тәуелділік қисықтары және 3 (б) ПАО-4 гидрлеудің кинетикалық қисықтары көрсетілді.



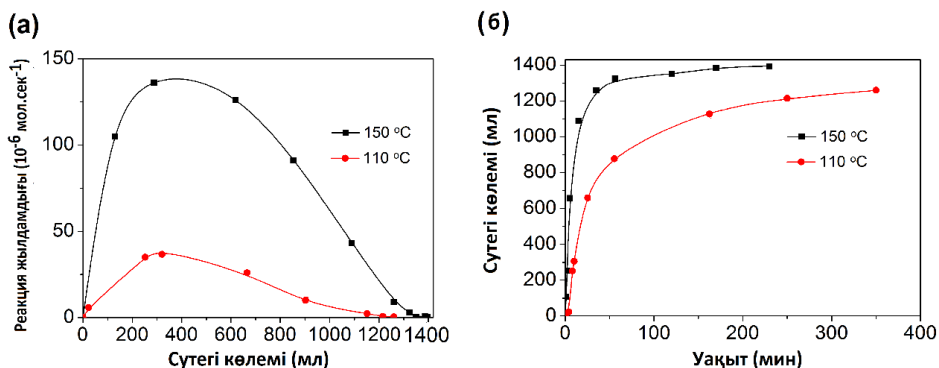
Сурет 3 – Реакция жылдамдығының сіңірілген сутегі көлеміне тәуелділік қисықтары (а) және (б) ПАО-4 гидрлеудің кинетикалық қисықтары.

3 (а) - суретте ПАО-4 гидрлеу процесінде монометалл катализаторларындағы реакция жылдамдығы биметаллға қарағанда жоғары екендігі айқын көрінеді. Сонымен қатар, төмен температурада (110 °C) гидрлеу жылдамдығы катализатордағы палладий мөлшерінің жоғарылауымен айтарлықтай артады (монометалл). 3 (б) - суретте 0.5% Pd/D катализаторында гидрлеу реакциясындағы сутектің жұтылуы 1400 мл – ге жеткен кездегі жұмсалған уақыт 190 минут болса, ал осындай көлемдегі сутектің жұтылуы 1.0% Pd/D катализаторында 130 минутта аяқталады. Керісінше, биметалл катализаторындағы Ni концентрациясының жоғарылауымен (1.0% Pd-0.8% Ni/D) реакция жылдамдығы айтарлықтай төмен және кинетикалық қисық бойымен реакция уақыты (сурет. 3 б) 400 минутқа дейін өседі.

Өндірістегі поли- α -олефиндерді каталитикалық гидрлеу никель катализаторларымен жүзеге асырылады. Әдеби деректерге сәйкес [21, 22] Ni катализаторлары төмен активтіліктен басқа, гидрлеу процесі өте жоғары температура мен қысымда жүреді және процесінің қатаң шарттары гидрлеу өнімінің термиялық бұзылуына әкелуі мүмкін екенін анықтады.

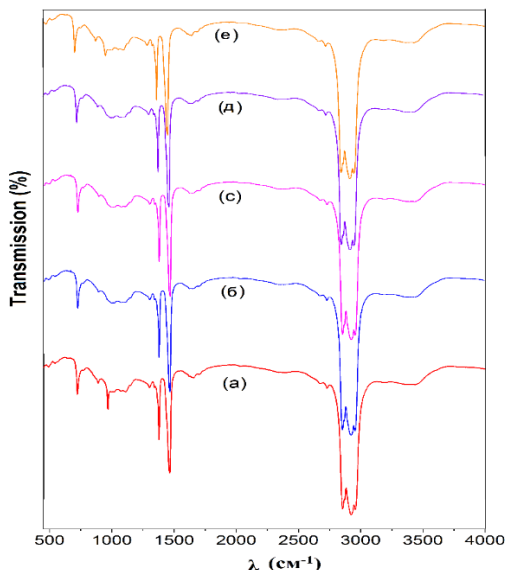
Палладий катализаторларына (1 МПа, 110 және 150 °C) ұқсас жағдайларда ПАО-4 гидрлеу процесінде қолданылған BASF компаниясының никель катализаторының (65% Ni/SiO $_2$ /MgO) активтілігі бойынша жүргізген зерттеулердің нәтижелері төменде 4-суретте келтірілген. 110 °C температурада никель катализаторының активтілігі 1% палладий

катализаторынан 6 есе төмен (сурет.4), сонымен бірге іс жүзінде 0.8% Ni бар биметалл катализаторының активтілігімен сәйкес. Процесс температурасының 150 °C-қа дейін көтерілуі 110 °C кезінде 0.5% Pd катализаторының активтілігімен шамалас келеді.



Сурет 4 – Реакция жылдамдығының сіңірілген сутегі мөлшеріне тәуелділік қисықтары (а) және (б) никель катализаторындағы ПАО-4 гидрлеудің кинетикалық қисықтары.

Бастапқы және 0.5% Pd/D, 1.0% Pd/D, 1.0% Pd - 0.3% Ni/D және 1.0% Pd - 0.8% Ni/D катализаторларымен гидрленген ПАО-4 үлгілерінің ИҚ спектрлері 5-суретте келтірілді.



Сурет 5 – Бастапқы (а) және гидрленген ПАО-4 ИҚ спектрлері (б) 0.5% Pd/D, (с) 1.0% Pd/D, (д) 1.0% Pd–0.3% Ni/D және (е) 1.0% Pd–0.8% Ni/D

Кесте 1 – Бастапқы және гидрленген ПАО-4 физика-химиялық көрсеткіштері

Көрсеткіштер		Гидрлеуге дейін	Гидрлеуден кейін				
			0,5% Pd/D	1,0% Pd/D	1,0%Pd–0,3%Ni/D	1,0%Pd–0,8%Ni/D	Ni катализаторы
Бром саны, г Br ₂ /100 г		26	0.2	0.2	0.3	1.97	1.96
Тұтқырлық, мм ² /сек	100 °C	3.9	4.0	4.1	3.9	3.9	3.9
	40 °C	18.7	19.0	20.0	19.0	18.6	18.9
Тұтқырлық индексі		113	117	118	117	114	115
Қату температурасы, °C		-76	-70	-70	-69	-70	-69

5-суретте (а) бастапқы ПАО-4 ИҚ спектрлерінде 2800-ден 1103 см⁻¹-ге дейінгі және 1300-ден 1500 см⁻¹-ге дейінгі аймақтағы -CH₃- және -CH₂-функционалды топтардағы C-H байланысын сипаттайтын интенсивті сіңіру жолақтарымен бірге, 969 см⁻¹ әлсіз сіңіру жолақтарында, =CH₂ функционалды топтары анықталды. Осы алынған ИҚ спектрінің деректері басқа жұмыс нәтижелерімен жақсы үйлеседі [23]. Бастапқы ПАО-4 гидрленгеннен (5-сурет б, с және д) кейін, ИҚ спектрінде =CH₂ функционалды топтардағы C-H валенттік деформациялық тербелістердің сіңіру жолақтарын сипаттайтын шырдар жоғалғаны (969 см⁻¹) көрінеді. 5-суретте (е) 1.0% Pd – 0.8% Ni/D катализаторымен ПАО-4 гидрленгеннен кейін алынған ИҚ спектрінде қос байланыс толығымен жойылмайтыны анықталды. 1-кестеде бастапқы және гидрленген ПАО-4 майларының физика-химиялық параметрлері көрсетілген.

1-кестеден 0.5% Pd/D, 1.0% Pd/D және 1.0%Pd–0.3%Ni/D катализаторларымен гидрленген өнімдегі бром саны 0.2 г Br₂/100 г ды құрайды. Ал никель катализаторларында гидрленген ПАО-4 майының бромд сандары биметалдық 1.0%Pd–0.8%Ni катализаторларына жақын және 1.96 г Br₂/100 г –ды құрайды.

4. Қорытынды

Жасалынған катализатормен поли-α-олефин майларын гидрлеу процесінен төмендегідей қорытынды жасауға болады: ПАО-4 гидрлеу үшін модификацияланған диатомитке отырғызылған 1% палладий катализаторлары ұсынылады, бұл 100% конверсияға әкеледі. Палладийге никель қоспаларын енгізу катализатор белсенділігінің төмендеуіне әкеледі. Ұсынылған палладий катализаторы ПАО-4 майын гидрлеу процесінде, никельге қарағанда төмен температурада жүзеге асырылады. Палладий катализаторларын қайта пайдалануға болады, олар бастапқы активтілікті

сактайды, реакциядан кейін катализаторлардың құрылымы іс жүзінде өзгермейді.

ГИДРИРОВАНИЕ ПОЛИ- α -ОЛЕФИНОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА ПАЛЛАДИЕВЫХ И ПАЛЛАДИЙ-НИКЕЛЕВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ

К. Тоштай

Казахский Национальный Университет имени Аль-Фараби, Алматы, Казахстан

E-mail: kainaubek.toshstay@gmail.com

Резюме. *Введение.* Поли- α -олефиновые соединения являются составной частью базовых масел, получаемых каталитической олимеризацией линейных альфа-олефинов с последующим гидрированием, используемых для авиационной и наземной техники, и занимают важное место в индустрии. Продукты олигомеризации содержат одну двойную связь; которую необходимо прогидрировать для придания устойчивости к различным химическим превращениям при производстве смазочных масел. *Методология.* Гидрирование проводили в автоклаве, позволяющем поддерживать постоянную температуру и давление водорода с замером объема поглощаемого водорода, исключая внешне-диффузионное торможение. Используемые катализаторы аттестованы следующими методами: удельная поверхность БЭТ, размеры частиц трансмиссионной электронной микроскопией. Продукты реакции характеризовали следующими методами: плотность, бромное число, ИКС, кинематическая вязкость, температура замерзания. *Результаты и обсуждение.* Для гидрирования поли- α -олефиновых соединений предложены 0,5–1,0 % Pd катализаторы, нанесенные на модифицированную природную глину диатомит. Показано, что модифицирование их добавками никеля приводят к снижению активности. *Заключение.* Установлено, что палладиевые катализаторы проводят процесс в более мягких условиях, проявляют более высокую активность по сравнению с никелевыми катализаторами, значительно сокращают время процесса и обеспечивают более высокую степень гидрирования. Активность биметаллических катализаторов ниже чем у палладиевых катализаторов.

Ключевые слова: гидрирование, палладий, никель, диатомит, катализатор, поли- α -олефиновые масла, активность, биметаллический катализатор, бромное число, кинематическая вязкость, температура застывания

Тоштай Қайнаубек

PhD

Әдебиеттер тізімі:

1. Rudnik L.R. Synthetics, Mineral Oils, and Bio-based Lubricants. Chemistry and technology. – Taylor&Francis, 3rd Edition, 2020. – P.636.
2. Patnaik A., Singh T., Kukshal V. Tribology in Materials and Manufacturing: Wear, Friction and Lubrication. – BoD–Books on Demand. 2021. – P.207.
3. Mashayekhi M., Moballegh L., Bahri-Laleh N., Sadjadi S., Poater A. Ionic liquids as modifier for the oligomerization of α -olefins to reactive poly (α -olefins) via traditional $AlCl_3$ catalyst. Mol. Cat., 2023, 547, Article ID 113403. <https://doi.org/10.1016/j.mcat.2023.113403>
4. Bayat A., Sadjadi S., Arabi H., Bahri-Laleh N. Catalytic hydrofinishing of polyalphaolefins under mild condition using Pd on amino acid-functionalized clay: Study of the kinetic parameters. Inorg. Chem. Commun., 2022, Article ID 109923. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2022.109923>
5. Tembe G., Patel N., Valodkar V. Recent developments in catalyst systems for selective oligomerization and polymerization of higher α -olefins. Poly. Chem., 2023, 14, 2542-2571. <https://doi.org/10.1039/D3PY00028A>
6. Sun H, Shen B, Wu D, Guo X, Li D. Supported Al–Ti bimetallic catalysts for 1-decene oligomerization: Activity, stability and deactivation mechanism. J. Catal., 2016, 339, 84-92. <https://doi.org/10.1016/j.jcat.2016.03.023>

7. Olejniczak A., Kucinska A., Cyganiuk A.W., Lukaszewicz J.P. Effect of *Salix viminalis* pyrolysis derived antioxidants on oxidative stability of diesters and diester–Poly- α -olefin Mixtures. *Ind. Eng. Chem. Res.*, **2012**, 51, 5117-5123. <https://doi.org/10.1021/ie2007054>
8. Cao L., Liu J., Wan Y., Yang S., Gao J., Pu J. Low-friction carbon-based tribofilm from poly- α -olefin oil on thermally oxidized Ti6Al4V. *Surf. Coat. Technol.*, **2018**, 337, 471-477. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.01.057>
9. Williamson J.B., Lewis S.E., Johnson III R.R., Manning I.M., Leibfarth F.A. C-H Functionalization of Commodity Polymers. *Angew. Chem. Int. Ed.*, **2019**, 58, 8654-8668. <https://doi.org/10.1002/anie.201810970>
10. Guseinova, G.A., Samedova F.I., Shabalina T. N. Production of white oil bases by hydrogenation of olefin oligomers. *Chem. Technol. Fuels Oils.*, **2010**, 46, 25-30. <https://doi.org/10.1007/s10553-010-0179-6>
11. Toshtay K., Auezov A., Aubakirov Y., Amrousse R., Azat S., Sailaukhanuly Y., Nakan U. Palladium–nickel supported and palladated activated diatomite as an efficient catalyst for poly- α -olefins hydrogenation. *Catal. Surv. Asia.*, **2023**, 27, 296-305. <https://doi.org/10.1007/s10563-023-09394-y>
12. Sadjadi S., Koohestani F., Pareras G., Nekoomanesh-Haghighi M., Bahri-Laleh N., Poater A. Combined experimental and computational study on the role of ionic liquid containing ligand in the catalytic performance of halloysite-based hydrogenation catalyst. *J. Mol. Liq.*, **2021**, 331, 115740. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2021.115740>
13. Nifant'ev I.E., Vinogradov A.A., Vinogradov A.A., Sedov I.V., Dorokhov V.G., Lyadov A.S., Ivchenko P.V. Structurally uniform 1-hexene, 1-octene, and 1-decene oligomers: Zirconocene/MAO-catalyzed preparation, characterization, and prospects of their use as low-viscosity low-temperature oil base stocks. *Appl. Catal. A-Gen.*, **2018**, 549, 40-50. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2017.09.016>
14. ISO 3839:1996/AMD 1:2020 Petroleum products — Determination of bromine number of distillates and aliphatic olefins — Electrometric method — Amendment 1 <https://www.iso.org/standard/77907.html>
15. ISO 3104:2020 Petroleum products — Transparent and opaque liquids — Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity <https://www.iso.org/ru/standard/67965.html>
16. ISO 2909:2002 Petroleum products — Calculation of viscosity index from kinematic viscosity <https://www.iso.org/standard/29953.html>
17. ISO 1183-1:2019 Plastics — Methods for determining the density of non-cellular plastics — Part 1: Immersion method, liquid pycnometer method and titration method <https://www.iso.org/standard/74990.html>
18. Toshtay K., Auezov A. B. Hydrogenation of vegetable oils over a palladium catalyst supported on activated diatomite. *Catal. Ind.*, **2020**, 12, 7-15. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2017.09.016>
19. Li B., Wang T., Le Q., Qin R., Zhang Y., Zeng H. C. Surface reconstruction, modification and functionalization of natural diatomites for miniaturization of shaped heterogeneous catalysts. *Nano Mater. Sci.*, **2022**, <https://doi.org/10.1016/j.nanoms.2022.05.001>
20. Liu D., Qiu F., Liu N., Cai Y., Guo Y., Zhao B., Qiu Y. Pore structure characterization and its significance for gas adsorption in coals: A comprehensive review. *Unconventional Resources.*, **2022**, 2, 139-157. <https://doi.org/10.1016/j.unres.2022.10.002>
21. Martin R.W., Deckman D.E., Kelly K.J., Emmett C.J., Hagemester M.P., Harrington B.A., Lin C.-Y., Matsunaga P.T., Ruff C.J., Stavens K.B., U.S. Patent US9234150 (2016).
22. Guseinova G.A., Samedova F.I., Shabalina T.N. Production of white oil bases by hydrogenation of olefin oligomers. *Chem. Technol. Fuels Oils.*, **2010**, 46, 25-30. <https://doi.org/10.1007/s10553-010-0179-6>
23. El-Gamal I.M., Gobel S. Synthesis and evaluation of poly- α -olefins for improving the flow properties of gas oil. *J. Appl. Polym. Sci.*, **1996**, 61, 1265-1272. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4628\(19960822\)61:8%3C1265::AID-APP5%3E3.0.CO;2-I](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4628(19960822)61:8%3C1265::AID-APP5%3E3.0.CO;2-I)

PROSPECTS FOR THE EXTRACTION OF CHROMIUM FROM SLAG FERROCHROME PRODUCTION BY ACID METHOD

K.A. Kadirbekov, R.M.Chernyakova, R.A. Kaiynbayeva, G.Sh. Sultanbayeva, U.Zh. Jussipbekov, N.N. Kozhabekova

*A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Almaty, Kazakhstan
E-mail: sultanbaeva@mail.ru

Abstract: *Introduction.* In the Republic of Kazakhstan, there is a noticeable upward trend in the volume of industrial waste, including from the production of ferrochrome. The problems of man-made pollution of the natural environment are becoming more acute every year, and are beginning to take on a global dimension. Technogenic ferrochrome production waste contains chromium, which is highly toxic and carcinogenic, which poisons water, soil, negatively affects the activity of all living organisms. Slags contain a significant number of valuable components used in various industries, and above all, chromium, which is irrevocably lost during storage. The main task still remains the development of industrial waste disposal processes that reduce the anthropogenic load on the biosphere and ensure the rational use of natural resources. *The purpose of the work* is to justify the choice of the method of processing the slags of the ferrochrome production. *Conclusions:* The analysis of the modern scientific and patent literature on acid processing and utilization of chromium-containing slags from the production of refined and high-carbon ferrochrome has been conducted. It should be noted that the described methods of various methods of processing ferrochrome production slags, despite their availability, are characterized by a multi-stage nature and do not allow complete processing of ferrochrome production slags in Kazakhstan. Currently, there is an excess of sulfuric acid production in Kazakhstan, so it becomes advisable to use sulfuric acid as a reagent for leaching chromium from slag from the production of ferrochromium. It can be expected that in sulfuric acid under certain conditions, such as heating, a sufficiently high degree of extraction of chromium (III) will be achieved in slags from the production of high-carbon chromium and in refined ferrochem slags.

Keywords: ferrochrome production, chromium-containing slags, leaching, slag separation, sulphuric acid, hexavalent chromium, trivalent chromium.

Kadirbekov Kairat Adyrbekovich *Doctor of Chemical Sciences, Professor, Head of the laboratory. E-mail: kkairati@mail.ru*

Raissa Michailovna Chernyakova *Doctor of Technical Sciences, Professor. E-mail: chernyakova1947@mail.ru*

Raushan Alibekovna Kaiynbayeva *Candidate of Technical Sciences. E-mail: raushan_1972@mail.ru*

Citation: Kadirbekov K.A., Chernyakova R.M., Kaiynbayeva R.A., Sultanbayeva G.Sh., Jussipbekov U.Zh., Kozhabekova N.N. Prospects for extraction of chromium from slag ferrochrome production by acid method. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 3(83), 37-59. DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.26>

<i>Gita Shamilyevna Sultanbayeva</i>	<i>Candidate of Technical Sciences. E-mail: sultanbaeva@mail.ru</i>
<i>Umirzak Zhumasilovich Dzhussipbekov</i>	<i>Corresponding Member of the NAS RK, Professor, Doctor of Technical Sciences. E-mail: jussipbekov@mail.ru</i>
<i>Nazym Nurgulyrovna Kozhabekova</i>	<i>Candidate of Chemical Sciences. E-mail: kojabekova@mail.ru</i>

1. Introduction

In the Republic of Kazakhstan, there is a noticeable upward trend in the volume of industrial waste, including from the production of ferrochrome [1]. At present, the problems of man-made pollution of the natural environment are becoming more acute every year, and are beginning to take on a global dimension.

Technogenic ferrochrome production waste contains chromium, which is highly toxic and carcinogenic, which poisons water, soil, negatively affects the activity of all living organisms [2-5]. Only about 20% of the waste is recycled and reused. Waste is usually located in special landfills of the industry itself and, despite the measures taken to store it safely, pollutes the environment. In this regard, the recycling and utilization of industrial waste is highly relevant, not only contributing to the reduction of pollution, but can also be an element of resource-saving technologies. Among the solid, liquid and gaseous wastes from various industries, the ferroalloy slags deserve attention. Slags contain a significant number of valuable components used in various industries, and above all, chromium, which is irrevocably lost during storage.

Chromium can accumulate in the biosphere and living organisms.

The main pathway for the release of chromium into the environment is through the production of chromium and its compounds from chromium ore and its further processing. Industrial waste from these enterprises plays an important role [2, 3]. The development of the industrial waste management processes that reduce anthropogenic pressures on the biosphere and ensure the sustainable use of natural resources remains a major challenge [4]. So in [6] it is noted that the MPC of chromium for plants is from 0.1 to 2.0 mg/kg of dry mass, and the critical mass of the metal varies from 1.0 to 2.0 mg/kg of dry mass, above which the increase in the above-ground mass of plants is reduced by 10%. The high concentration of chromium in plants significantly inhibits all growth processes and causes plant disease. Chromium content is particularly increasing in plants growing in ore deposits, terricons, as well as in areas contaminated by this element.

Chromium is present in both vegetable and outgoing food products in the form of inorganic salts, as well as in the form of a complex compound with organic ligands, which is a biologically active form of chromium with a pronounced presence of carbohydrate metabolism [2]. Higher frequencies of chromium are observed in fish, milk, dairy products, meat of domestic animals.

With food, chromium absorbs the human body and affects it. Chromium is an increased stimulant and causative agent of cancer, pulmonary and cardiovascular and other diseases, increased consumption for accumulation in food chains, and their sustainable risk to humans [2-7]. Aktobe region alone accumulated at least 830 mln. tons of industrial waste, of which 12-15 mln. tons are slag waste. Moreover, more than 5 million tons are represented by slags from the production of high-carbon ferrochrome and more than 8 mln. tons - pulverized, low-carbon ferrochrome slag [8]. According to [9] data in Aktobe region, contamination of soil, water and air with hexavalent chromium is recorded with a significant exceedance of the MPC until 2010. However, in the period from 2011 to 2015 there is a positive trend of its decrease by 10-thousandths shares, which is due to the involvement in the processing of ferrochrome slags stored at the range [10-14]. Therefore, there is a need for more intensive involvement in the processing of chrome-containing slags.

2. Chemical and phase composition of ferrochrome slags

Ferrochrome slags are characterized by a high content of magnesium oxide (MgO), the amount of which varies between (7.0-45%) [15,16]. The chemical and material composition of ferrochrome slags is not constant and depends on the quality of the raw material used and the variety of ferrochrome produced [17-19].

The refined ferrochrome slag (RFC) slag of JSC “Aktobe Ferroalloy plant” used in work [15] has high content of Cr_2O_3 (15.11 %) and FeO (4.08 %). Their content is 2.52 and 2.04 times higher, respectively, compared to Cr_2O_3 and FeO in RFC slag, the composition of which is given [17]. The oxides Mg, Al, Si and Ca in the RFC slag sample according to the data presented in the work [15] are 4.0, 2.11, 2.0 and 7.7% lower than the RFC slag sample used in Article [17].

Slags from smelting of high-carbon ferrochrome at the Serov Ferroalloy Plant, Chelyabinsk Electrometallurgical Plant are refractory material, the main mineral phases of which are forsterite (55-60%), aluminomagnesian spinel (36%) glassy phase of the mellithic composition (3-4%) [19]. In other samples, there may be less forsterite, because ferrochromic slags are characterized by the variability of the composition of the composition. The refined ferrochrome of Aktobe Ferroalloy plant contains 33.2%, its full phase composition (weight. %): 33.2 $\text{Mg}_2(\text{SiO}_4)$; 22.5 MgFeAlO_4 ; 20.5 $\text{Ca}_3(\text{SiO}_4)$, 2.5; 7.9 Al_2SiO_5 ; 6.5 MgFeO_4 ; 20.5. Mg_2SiO_4 and MgAl_2O_4 are present in the high-carbon ferrochrome slag, and Mg_2SiO_4 orthosilicate (forsterite) is present in the low-carbon ferrochrome slag, orthosilicalcation in the form of a modification $\gamma\text{-Ca}_2\text{SiO}_4$ and partially as $\alpha\text{-Ca}_2\text{SiO}$ [20-22].

High-carbon ferrochrome slag is used as a roadblock [23], while low-carbon ferrochrome slag is only used. In 2019, ERG Recycling started to implement a program for the processing of laid slags from the smelting of the ferroalloys of TNC «Kazchrom» (RK) for 2019-2021. [24, 25]. In the same year, 50,000 tons of

these wastes were recycled to produce chrome metal concentrate and slag inert materials. In 2019-2020, slag and slag sand were tested in road construction and as concrete filler in 2020. Certificates of conformity for this type of product have been obtained [26]. It should be noted that the processing of slags from the production of refined ferrochrome is very difficult and most of them are in piles and worsen the ecological situation of the region, for example in Aktobe region [13]. Lower oxidation chromium compounds are not poisonous, but in the body they can change to Cr (VI) [27, 28].

The problem of processing waste slags and extracting metal components from them, and then using them as the secondary raw material is one of the most important in metallurgy. The issue is being addressed from the perspective of zero waste technologies. The basis of such technologies is the development and introduction of fundamentally new technological processes, excluding all types of waste, various non-recurrent technological schemes and water recycling cycles on the basis of effective cleaning methods, as well as the widespread use of waste as a secondary raw material.

Methods of processing ferroalloy slags are very diverse (air and magnetic separation, slag stabilization, metallurgical processing, mechanical grinding, leaching, hydrothermal processing, etc.) [15, 29-31], their choice is determined by the features of slag, and economic and environmental feasibility.

3. Slag separation

Screening with subsequent magnetic separation of metal elements is suitable for RFC slags; alloy pellets are separated from this slag by air or magnetic separation [32]. This method effectively uses magnetic separation to increase the [Cr:Fe] ratio in fine ferrous chromite.

In the method [33] for extracting metal concentrate from chromium-containing slag, the crushed material is fed to the conveyor and the metal concentrate is taken in the form of a magnetic fraction using a pulley under the action of a magnetic field created by magnets. In this case, the non-magnetic fraction is first removed, and then the magnetic fraction is removed with a knife, which is pressed against the conveyor belt by the magnetic field of the pulley. Moreover, manual sampling of the metal concentrate is carried out.

In the method for processing low-carbon ferrochrome slags [34] after rattling the raw material for 10-15 min the slag is treated in an air cooling stream at a speed of 4 m/s. Then the slag passes through an air separation to a fraction of 20 mm in an upward flow at a flow rate of 10 m/s with mixing the material in a suspended state to a temperature of 0-60°C. Then the slag powder of the 0.4 mm fraction (dust removal) is separated from the slag. Both products then pass the magnetic two-stage stage for metal extraction. However, there is a residual metal content in a non-magnetic product.

The metal (chromium) can be separated from the mineral part of the slag by pneumatic separation and sifting on the sieves, and the mineral part of the slag is efficiently processed by mixing it with the ferrous Kazakhstani diatomite

(flask)liquid glass and thermal treatment of granules to produce a porous glass insulating material [16].

Another option is to combine pneumatic separation with magnetic separation. This technology may work, but its performance is significantly limited [20.32]. The main limitation is the humidity of both the feedstock (up to 5%) and the ambient air. Drying the waste before separation is not economically profitable.

According to the method [35], the ferromagnetic inclusions of the dust particles (0-0.3 mm) are extracted by the magnetic air separator incorporated into the dust capture system. The magnetic products extracted at all stages of the processing of the slag are purified by breaking the bonds holding the inclusion of the slag on the metal product in an impact crusher with subsequent magnetic separation.

The object of the invention [36] is chromium-containing ferroalloys, in particular slags, dust and other wastes. The original slag was subjected to stagal crushing, with the crushing products being divided into size classes. Then separated by methods of magnetic and gravitational enrichment. Grinding, classification and separation were carried out in both dry and wet ways. As a result, a chromium-containing concentrate and a calcium-containing magnesium-containing product are released, the latter can be used in the manufacture of refractory materials. The defects are multi-layered and chromium loss ranges from 26 to 14%.

The method for extracting chromite concentrate from waste materials for processing chrysotile-asbestos ores comprises a preliminary granulometric separation, a separation of a fine product, from which the separation of the magnetite concentrate is obtained by gravity method of heavy fraction and further by magnetic separation. A chromite concentrate [37] is extracted from the waste produced by electromagnetic separation.

The invention [38] is intended for processing slags from the production of high-carbon ferrochrome grades and can be used for extracting low-magnetic alloys from metallurgical slags. The first stage of magnetic separation is carried out at the induction of a magnetic field of 120-200 μT with the release of a magnetic product, and the non-magnetic product of the first stage is subjected to magnetic separation at the second stage in one or two receptions at the induction of a magnetic field of 300-1000 μT . Due to optimization of the parameters of the extraction process was 92.8%.

The method for processing carbon ferrochrome slag [39, 40] involves crushing the slag, splitting the crushed slag by ratcheting at a margin of 3-5 mm, pneumatic classification and magnetic separation of separation products. As a result of the processing of metallurgical slags, several commercial products are obtained - a metal concentrate and slag products used as abrasive and refractory materials. In this process, the carbonaceous ferrochromium slag meets the requirements of a forsterite spinel product.

Employees of Gravikon Company have developed the technology of enrichment of HCFC slags formed at JSC «Kazchrom» by hydraulic removal

[41]. The result is pure commercial ferrochrome and industrial product, which was sent to the melting, as well as chromium-free rubble. The latter is used in road construction.

The options for the technology of separating lumpy materials using radiometric and other methods seem to be promising [42]. X-ray radiometric separation (RRS) refers to "dry" and "direct" methods for lumpy separation, literally "sees" those elements that make up valuable and associated minerals. The material composition of almost all types of slags of this enterprise allows for a clear separation by the measuring system of the separator (according to X-ray spectra).

To obtain a metal-rich concentrate, it is advisable to use a two-stage live magnetic separation. The use of the silicate base of such slags in metallurgical production is impractical due to the increased silica content, the presence of extraneous impurities and the low concentration of leading elements [43].

The described methods of air, magnetic and pneumatic separation, gravity, hydraulic removal and radiometric enrichment, chrome-containing slags have advantages and disadvantages. For example, wet magnetic separation complicates the process, the efficiency of magnetic and air separation of low-carbon ferrochrome high-carbon slag [44]. The gravitational technology of chromium ore enrichment allows the production of chromium concentrate from large and medium fractions, and fine sludge is practically not enriched due to the difficulty of separating complex minerals into chrome concentrates and waste [45]. At the same time, in all methods there are significant losses of main products with dust-like fractions.

4. Slag stabilization

The most promising outlook is borate slag [14]. Thus, the stabilization of the $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}$ structure, in particular, the mineral belite present in ferrochromic slag turns into a slag ladle with the formation of its unloading and crushing when the melt is cooled [30]. The stabilized slag is completely crystallized, has a fine-grained structure, and consists mainly of larger block grains of larnite interspersed with fine and rare grains of spinel and periclase. Slag-like larnite of increased reaction rate with water, which expands the range of slag use [19].

5. Thermal method

The melting method relates to methods of radical neutralization of chromium-containing raw materials. It is a hexavalent chromium decontamination process under high temperature conditions with the addition of an auxiliary agent [45]. The technology for neutralizing chromium slag by the melting method includes the coal-reduction method, melting in a cyclone furnace and agglomeration.

The agglomeration decontamination of chrome slag is performed using existing equipment at the metallurgical plant and is a by-product of the production process. This technology includes two stages of the process. First stage -

agglomeration, after agglomeration chromium slag is melted to produce chromium-containing product - second stage [46]. In the first stage, under the action of the high temperature of the agglomeration, Cr^{+6} passes into Cr^{+3} , i.e. the process of chromium reduction takes place, thereby neutralizing the chrome slag.

In the invention [47] a charge for producing a high-carbon ferrochrome is prepared by metering a carbon reducing agent, a high-carbon ferrochrome production waste, a low-carbon ferrochrome slag held in a pile and a chrome ore. Breaking down the silica slag barrier contributes to chromium recovery from chrome spinelide chromium ore with coke carbon and CO gas.

The molten slag produced during the production of carbon ferrochrome in the ore thermal furnace is provided with a slag obtained from the smelting of refined ferrochrome in the amount of 50-120% [48]. The inventive low-melt slag melt is produced with a melting point of 1650-1700°C. The process of chrome splitting and chromium reduction is facilitated by the introduction of aluminium into the melt, in the amount of 2-10% of the slag weight.

The aim of the invention [49] is to extract chromium oxides from the slag formed after the process of melting a chrome-containing slag in an electric arc furnace. The main disadvantage of thermal methods is high energy consumption due to the use of high temperatures and the need to neutralize the resulting flue gases.

6. Hydrometallurgical method

The method is based on hydrometallurgical leaching and sorption technologies. Can be used in chromite ore mining and chromium compound production. It allows to recycle highly toxic chromium VI compounds from waste products of different physico-chemical condition with the release of chromium into a high purity commercial product (content of Cr_2O_3 not less than 95%). It drastically reduces the amount of hexavalent chromium emitted into the environment by the chrome industry. Allows you to gain additional profit by returning chromium to the commercial product.

The method [50] for obtaining chromite concentrate from poor chromium-containing ore provides for grinding the ore to a particle size of less than 2 mm, roasting at 500-550°C for 2 hours. The roasted ore is further leached by treating it with mineral acids (sulphuric H_2SO_4 or hydrochloric HCl) in two stages. Disadvantages of the method: multi-stage process, the need for pre-calcination of serpentine ore, heating of acid leaching solutions used in the second stage, as well as a caustic soda solution used to process the cake. In addition, the concentration of chromium in leaching solutions and the frequency of return of acid solutions for leaching are not indicated. There are no data on the disposal of waste solutions.

A known method for enriching chromite ore involves thermochemical and hydrometallurgical processing of ore containing as an impurity of olivine, from which white magnesia is obtained by hydrometallurgical methods [51]. This method makes it possible to involve poor, substandard ores in processing, but

differs by the high cost of thermochemical treatment of the entire volume of ore, because its roasting is carried out at 600°C within 1 hour. . In addition, the filtrate obtained by hydrochloric acid leaching of burnt ore undergoes thermal hydrolysis.

The essence of the invention [52] consists in the treatment of chromium production sludge with uterine solutions produced after the basic magnesium carbonate. The composition of the produced slurry (8.33-8.52% MgO; 0.32-0.40% CrO₃; 33.0% CaO; 6.33-6.40% Cr₂O₃) allows it to be used in a non-colomittal chromatic production process or in a composition for cement production.

In the [53] method, the aqueous suspension of chromate-produced sludge is treated with sulfuric acid with a concentration of 190-200 g/dm³. The result is chromium oxide and a magnesium-enriched solution. In this method, the difficulty lies in the hardware design, in particular the need to use an autoclave.

The work [52] proposes a method for hydrometallurgical processing of ferrochrome production waste by sulfur acid leaching in order to produce chromium concentrate (Cr₂O₃) and magnesium sulfate solution (MgSO₄). This method allows the recovery of valuable metallurgical constituents from waste for further processing. Studies were carried out on chromium drift dust from the furnace 41 Pz-4 JSC “Aktobe Ferroalloy plant”, caught wet gas cleaning, wet (hydrometallurgical) leaching solutions of mineral acids and ammonium hydrosulphate.

Currently, the deposition of chromium hydroxide from sulphate solutions containing trivalent chromium is produced with iron vitriol and calcareous milk. The method [53] proposes the deposition of chromium-oxide lead with the addition of two-calcium silicate produced by calcification.

It should be noted that a significant part of the work is aimed at processing (neutralizing) mainly chromium-based sludge, including the toxicity of hexavalent chromium sludge from this production. The proposed solutions involve the use of inorganic salts or sulphur, elevated temperatures, or the process in the autoclave. Hydrothermal processing of chromium production waste is also carried out by mineral acid at elevated temperatures and is characterized by multi-stage.

7. Leaching

To extract chromium from solid chromium-containing waste, a leaching method is used using solutions of alkalis, acids and salts.

An analysis of the scientific literature showed that the method of alkaline and acid leaching is at the stage of exploratory research. So in [54], the extraction of chromium from sludge (dumps) of chromate production is carried out with a 30% solution of sodium hydroxide NaOH and a 10% solution of hydrochloric acid. Consumption experiments at ambient temperature (22°C), change over 30 min. The chromium content in the hydrochloric acid leaching solution is 2290 mg/l higher than in the sodium hydroxide solution.

The method of alkaline and acid leaching is also used to extract chromium from sludge from the neutralization of waste solutions after treating the surface of the skin [55]. Sludge from HPC-3 "ArcelorMittal Temirtau" was leached with solutions of NaOH, KOH, NH₄OH of various concentrations. For the acid removal of chromium, H₂SO₄, HNO₃, HCl, H₃PO₄, as well as a mixture of acids were detained. The lowest degree of chromium recovery from chromium-containing sludge (71.0%) obtained by alkaline leaching. Acid leaching is more efficient. In acid leaching of chromium-containing sludge, the best result was obtained for a sulfuric acid solution.

The authors of [56-58] as a promising isolation of chromium compounds from aqueous chromium-containing solutions are investigating the ozonation method. Ozonation, or developing oxidation processes (using ozone decomposition products as oxidizing agents), are widely used in industrial wastewater and drinking water treatment plants, food products, that hydroxyl radicals are formed during ozone decomposition, and oxidizing agents are also found [56, 57]. Studies [57, 58] consider the possibility of using ozone suspension of chromite ore or slag from ferrochrome production to convert trivalent chromium to hexavalent. Ozone degradation by-products have also been shown to be strong oxidizers in South African chromium ores ozone depletion and the use of ozone neutralization for South African chrome ores is an effective method [58]. In the same paper, the oxidation process of trivalent chromium contained in chromite ore or slag from ferrochrome production into hexavalent is highlighted. Influence on the degree of oxidation of chromium dispersion and the type of source material, liquid phase pH, temperature and time of treatment by ozone suspension has been determined. However, due to the limited capacity of the ozone emitter, the maximum oxidation of chromium was 15%.

In [59], the sludge (dump) of chromate production was leached with water with simultaneous treatment of the suspension with ozone at a sludge:H₂O ratio of 1:20 for 30 and 45 min. As a result of the work carried out, the fundamental possibility of using ozonation to increase the degree of chromium extraction during aqueous leaching of chromate production sludge is shown. A tendency towards an increase in the chromium content in sludge fractions characterized by large particle sizes, i.e. preliminary grinding of raw materials is necessary.

A comparative analysis of the processes of extraction of chromium from chromium-containing sludge by alkaline and acid methods showed that the efficiency of acid leaching is higher. Moreover, when using alkalis, difficulties arise with the regeneration of solvents and their disposal. In this regard, attention should be paid to the study of the method of acid leaching.

The article considers [60] the possibility of processing chromate sludge from the Aktobe plant of chromium compounds for magnesium oxide, using sulfamic acid. The choice of sulfamic acid was due to its low toxicity, good solubility of sulfamates of many metals, low corrosivity, and the possibility of carrying out the leaching process at ordinary temperature in reactors without acid-resistant lining. The authors of this article showed the possibility of using sulfamic acid for leaching MgO from chromate sludge with further production of commercial

products based on it and found that chromium does not adversely affect the magnesium leaching process.

An interesting work [61], in which it is proposed to carry out sulfuric acid leaching of chromium-containing galvanic sludge in one stage with a 10-15% solution of H_2SO_4 at a ratio of S:L = 1:3 (for wet sludge) at a temperature of 30-40°C for 1.5 h at mixing. After sedimentation and filtration using flocculants, the leaching solution with pH 1 is sent to the sorption filter. The precipitate after washing is filtered on a press or vacuum filter and sent to a disposal site for use as an additive in the manufacture of ceramic tiles or other building materials. According to the developed technology, the following indicators were obtained: Cr extraction was 81.2%, Ni - 93.5%, Zn - 97.5%, Cu - 82.1%.

In [62], sulfuric acid was chosen as the leaching agent, which was due to the chemical properties of the extracted element [63]. The leaching process was carried out in an agitator under various conditions: changing the pH in the range of 0-12, different stirring speeds and temperatures. X-ray phase analysis of sediments isolated after slag leaching revealed the presence of silicon and chromium, the ratio of which in terms of oxides was 2:3, respectively. This study is an intermediate stage of work aimed at obtaining a concentrate with a high chromium content from chromium-containing slag.

When processing technogenic chrome-containing waste combined methods are used.

In the work [64] the process of production of magnesium oxide from the chromium-containing raw material of the deposit of Kazakhstan with preliminary production of chromium oxide (VI) is investigated. The study also uses concentrated sulfuric acid.

It should be noted that the information on acid leaching of chromium slag in the scientific literature is limited and mainly of a search nature.

The work [65] offers the technology of complex processing of non-traditional raw materials - serpentine and serpentine waste heaps on chrysotile-asbestos and chromite deposits. The method involves grinding the ore, heat treatment, leaching with solutions of mineral acids with subsequent filtration of the suspension, washing and drying the end product. The heat treatment is carried out at the temperature of 500-550°C, and the leaching and filtration process is carried out in two stages with an additional treatment of the solid residue with a solution of caustic soda with the subsequent filtration. Furthermore, the first step of leaching consists in treating the burned ore with acid recycled leachate with the concentration of 230-250 sulfuric or 90-110 g/l hydrochloric acid, with subsequent filtration of the suspension and directing the solid residue to the second stage. The second stage is in the treatment of the solid residue with a solution of sulphuric or hydrochloric acid concentration, respectively, 300-550 and 110-220 g/l with subsequent filtration of the suspension and the direction of the leachate to the first stage of leaching.

In the method [66] it is proposed to process the slag in order to produce a chromium-containing concentrate and a magnesium-enriched solution. However,

this process is carried out in the autoclave at 110-160°C, using aggressive sulfuric acid. The invention relates to processing the slag wastes formed during the enrichment of chromite ores to produce a rich slurry corresponding in terms of chromium oxide content to a chromium concentrate, separated by chromium oxide and magnesium and concentrated in the solution. The processing of chromate production slag involves treating the aqueous slurry thereof with sulphuric acid, separating the magnesium sulfate solution from the solid phase (slurry), wherein the slurry tails are treated in the autoclave at the temperature of 110-160°C, and the initial sulphuric acid concentration of 190-C acid 200 g/dm³, autoclave pressure 0.15-0.7 MPa, leaching time 2-3 hours with active agitation by mechanical mixer with 150-250 revolutions per minute. Furthermore, the sludge is additionally treated with ammonium carbonate (NH₄)₂CO₂ in a quantity of 10-20% of the slag mass. It should be noted that a significant part of the work is aimed at processing (neutralizing) the slag, including the toxicity of slag containing hexavalent chromium, of current production. Most of the proposed solutions are related to high-temperature processes [67,68] using sufficiently aggressive reagents such as mineral acids [69-71].

In the [72] method, the acid leaching method is used for extracting chromium from ores. The process is carried out by mixing chromite ore with manganese raw material containing manganese dioxide, grinding the mixture with the introduction of concentrated sulfuric acid. The ratio of chromite ore to manganese and sulfuric acid varies from 1:1:1 to 1:2:10. The mixture is heated at the temperature of 200-500°C, then cooled in air and then leached with water at the temperature of 60°C for 3 hours. The solution after leaching is treated with an organic solvent or ion exchange resin for chromium extraction. Manganese is extracted from the aqueous phase. Amines are used as an organic solvent and anion exchange resin is used as an ion exchange resin. The process is carried out at the elevated temperatures, concentrated sulfuric acid and organic substances are used and are characterized by a multi-stage character.

The process of production of magnesium oxide from chromium-containing raw material of one of the deposits of Kazakhstan [73] has been investigated. In this study, raw materials have been processed: the particle size of the original ore has been taken up to 20 mm, after mechanization the particle size has changed to 0.5 mm. Then the ore has been subjected to the “wet” magnetic separation. The next stage is the leaching of sulfuric at different concentrations of the non-magnetic fraction with and without heating. The stage has been carried out with intensive mechanical mixing (5 rev/sec) [74]. An initial filtration with the separation of the slag has been carried out. Chromium oxide (VI) is present in the solid sediment. During the fractional deposition process, the target product has been obtained with a purity of 99.5%. The remaining solution has been mixed with soda (GOST 5100-85) until full deposition. The reaction mass has been filtered, the sediment has been dried at the temperature of 180 C. During chemical transformations and technological operations, magnesium oxide has been obtained with a purity of 98.2%.

The main activity of “Voskhod-Oriel” LLP is carrying out works on development of “Sunrise”chrome ore deposit [75]. The “Voskhod” chrome ore deposit is located in the Khromtau district of the Aktobe region. At the moment the object of expansion of the area of the rock heap according to the project “Expansion of the rock heap TO-17-08” is the existing rock heap of empty rocks at the “Sunrise” deposit. In order to reduce waste it is proposed by “Voskhod–Oriel” LLP to process slag waste, generated by processing chromite ores with the production of rich sludge, the chromium oxide content corresponds to chromite concentrate with chromium oxide and magnesium separation and magnesium concentration in solution.

The known method for processing chromatic slag consists in restoring the hexavalent chromium, contained therein, to a trivalent state by treating aqueous sludge slurries with sulfur-containing reducing agents in an alkaline medium at the temperature of 122-160°C [76].

The work [77] has investigated the possibility of recovering hexavalent chromium with the traditional and alternative reagents. A mathematical model of the hexavalent chromium recovery process has been built. This work has investigated the recovery of hexavalent chromium, using traditional and alternative reagents. The subject of the study has been model run-off with a chromium ion (VI) concentration of 600 mg/dm³.

As a result, a mathematical model approximating the process of changing the concentration of chromium (III) and chromium (VI) ions during the recovery process has been obtained by an experimental method. The most effective reducing agent at a minimum amount of reagent is sodium sulfite. The least effective are iron turnings, aspen sawdust and conifer sawdust with a degree of purification of hexavalent chromium ions 98, 75 and 83%, respectively. Despite the above, the use of these reagents is an alternative, as they are waste products of the production.

When studying various physical phenomena and conducting technological experiments, a functional relationship is often observed between quantities that describe the quantitative side of a given phenomenon or experiment. To show this dependence, sometimes it is necessary to carry out a huge number of experiments. This requires a lot of time and a large number of reagents. In connection with the foregoing, in this work, for mathematical processing of the results of experimental studies, following the work [78,79], the interpolation method [80] has been used.

In this paper, the possibility of using traditional and alternative reagents for chromium ion reduction (VI) has been studied. It has been shown that the sharing of traditional and alternative reagents is the most affordable, cheapest and quite effective method. A mathematical model of the hexavalent chromium recovery process has been built. In particular, a functional dependence approximating the results of the experimental studies has been established (the confidence value of the approximation is 0.99).

The work [81] has examined the possibility of extracting magnesium oxide from the toxic waste from the production of chromium salts - chromium

slaghydrochemical method, using sulfamic acid. In the studies the method of probabilistic-deterministic planning of experiment, developed in the Karaganda Chemical-Metallurgical Institute has been applied. Mathematical models of extraction of magnesium oxide into products of chromium slurry leaching have been found. Optimal conditions of the leaching process have been determined. The proposed method for solving the problem of extraction of magnesium from the waste materials of the production of chromium compounds using a non-toxic leaching reagent is novel.

The work [82] shows that slag disposal can be organized so as to result in not only building materials, but also metal suitable for further processing and use. For the thermodynamic modeling of processes during the recovery of slag piles, the software complex FactSage (version 6.4) has been used. Slag reduction has been simulated for three different FeO formulations (15, 10 and 5% (by mass)). The simulation is performed in the temperature range of 750 - 1650C in 5°C at the gas phase pressure of 0.1 MPa. The model assumed that a known excess of carbon had been introduced into the system as a reducing agent. Model results clearly indicate that carbon monoxide will dominate the gas phase over the whole temperature range considered.

It should be noted that the production of chromium in Kazakhstan is expanding, we can expect an increase in the volumes of technogenic chrome-containing wastes. And despite the fact that ERG Recycling, a part of TNK “Kazchrom” JSC, in 2021 will recycle 150 thousand tons of waste and by 2025 will it will achieve the annual volume of chrome-containing waste processing 500 thousand tons [83]. A significant amount of slag, sludge and other chrome-containing wastes will still be in the tailing heaps. Therefore, the further development of processing the chromium-containing slags is needed. An analysis of the scientific and patent literature has revealed that acceptable methods of processing chrome-containing slags include enrichment methods. However, a number of factors need to be taken into account when choosing how to process chrome-containing slags. For example, the availability and affordability of the used reagent for processing chrome-containing slags, their mineral composition, the processability of the method, the possibility of the further use of the processed slags, etc.

According to the data given in the article [9, 84], the mineral composition of the slag from the production of high-carbon ferrochromium is mainly represented by forsterite Mg_2SiO_4 , spinel $MgAl_2O_4$, and a partially amorphous glassy phase. In the slag from the production of low-carbon ferrochrome, the main crystalline phase is calcium orthosilicate $\gamma-Ca_2SiO_4$, as well as magnesium orthosilicate (forsterite) Mg_2SiO_4 [85]. The authors of the studies [85, 86] have found that from the point of view of chemical, mineralogical composition and refractoriness, the slags from the production of high-carbon ferrochrome and low-carbon ferrochrome can be a valuable raw material for the manufacture of heat-resistant materials.

In [87], the mineral part of the slag after chromium leaching has been used to obtain on its basis a granular porous glassy filler material for heat-concrete products with low thermal conductivity.

In [88], high-carbonferrochromium slag has been used for road construction. Coarse fractions of slag are used as a coarse aggregate for road construction, since they have a module $M_k = 2.9$ and meet the requirements of GOST 3344-83 "Crushed stone and slag sand for road construction." The use of small fractions (less than 5 mm) of this slag, formed during slag crushing, as a filler for road construction has shown that the strength of the studied standard samples is on average 1.5 times higher than the strength of control samples prepared using granite screenings and the Volsk sand.

The available developments in the processing of slag ferrochrome are mainly related to the use of elevated temperatures (40-90°C) and different concentration acid solutions [89]. More promising is the extraction of chromium in the sulphuric acid process of ferrochrome slag processing, with the further extraction from the residues of safe building materials.

It should be noted that there is currently an excess production of sulfuric acid in Kazakhstan [90]. That is, sulphuric acid can be used as a reagent for leaching chromium from the production of ferrochrome. This ensures that they are defused. For example, heating will achieve a sufficiently high degree of extraction of chromium (III) in slags from the production of high-carbon chromium and in refined ferrochem slags.

Therefore, the acid way of leaching them becomes attractive. According to [87,88,91], low-carbon slags, including slags from the refined ferrochrome production, contain Cr (VI), which will be converted into sulfuric acid leaching solution. Hexavalent chromium in the sulfuric acid solution of slag leaching from RFX production must be subjected to acid reduction to harmless trivalent Cr. A method for reducing hexavalent chromium into trivalent form using reducing reagents and deposition of trivalent chromium in the form of hydroxide [92] is widely used. However, the adsorption methods for cleaning solutions, containing chromium, including Cr^{+6} [93, 94], are now becoming relevant. Natural aluminosilicates can be used as available, cheap sorbents [95].

The mineral part of ferrochrome slags after leaching can be used to produce road building materials in which the leached mineral part of slags can be the basis for producing compositions with adjustable gypsum content.

8. Rationale for the choice of a method for processing slag from the production of ferrochromium

It should be noted that the described methods, despite their availability, are characterized by a multi-stage nature and do not allow complete processing of ferrochrome production slags in Kazakhstan [16]. An analysis of the scientific patent literature revealed that enrichment methods are acceptable methods for processing chromium-containing slags. However, when choosing a method for

processing chromium-containing slags, a number of factors must be taken into account. For example, the availability and cheapness of the reagent used for the processing of chromium-containing slags, their mineral composition, the manufacturability of the method, the possibility of further use of processed slags, etc.

According to the data given in [95], the mineral composition of high-carbon ferrochromium production slag is mainly represented by Mg_2SiO_4 forsterite, $MgAl_2O_4$ spinel, and partially amorphous glassy phase. In the slag from the production of low-carbon ferrochrome, the main crystalline phase is calcium orthosilicate γ - Ca_2SiO_4 , as well as magnesium orthosilicate (forsterite) Mg_2SiO_4 [25]. The authors of studies [25, 96] found that, from the point of view of the chemical, mineralogical composition, and refractoriness, slags from the production of high-carbon ferrochrome and low-carbon ferrochrome can be a valuable raw material for the manufacture of heat-resistant materials.

It should be noted that currently in Kazakhstan there is an excess production of sulfuric acid [97]. Sulfuric acid can be used as a reagent for leaching chromium from slag from the production of ferrochromium. According to [16, 22, 26, 98], low-carbon slags, including slags from the production of refined ferrochromium, contain Cr (VI), which will pass into the sulfuric acid leaching solution. Hexavalent chromium in the sulfuric acid leaching solution of slags from RHF production must be subjected to acid reduction to harmless trivalent Cr. The method of reduction of hexavalent chromium to the trivalent form with the use of reducing agents and the precipitation of trivalent chromium in the form of hydroxide is widely used. Natural aluminosilicates can be used as affordable, cheap sorbents [99,100].

The mineral part of ferrochromium slag after leaching can be used to produce road building materials, in which the leached mineral part of the slag can be the basis for obtaining composite compositions with a controlled gypsum content.

Conclusions.

The analysis of modern scientific and patent literature on the processing and disposal of chromium-containing slags from the production of refined and high-carbon ferrochrome has been carried out. It should be noted that the described methods of various methods of processing ferrochrome production slags, despite their availability, are characterized by a multi-stage nature and do not allow complete processing of ferrochrome production slags in Kazakhstan. Currently, there is an excess of sulfuric acid production in Kazakhstan, so it becomes advisable to use sulfuric acid as a reagent for leaching chromium from slag from the production of ferrochromium. This achieves their neutralization. It can be expected that in sulfuric acid under certain conditions, such as heating, a sufficiently high degree of extraction of chromium (III) will be achieved in slags from the production of high-carbon chromium and in refined ferrochem slags.

Acknowledgments: This work was funded by the Committee of Sciences of the Ministry of Sciences and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. BR18574042, “Innovative methods of synthesis and technologies for obtaining functional inorganic and organic substances and materials from natural and technogenic raw materials”).

Conflict of Interest: All authors declare that they have no conflict of interest.

ПЕРСПЕКТИВЫ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ХРОМА ИЗ ШЛАКОВ ПРОИЗВОДСТВА ФЕРРОХРОМА КИСЛОТНЫМ СПОСОБОМ

К.А. Кадирбеков, Р.М. Чернякова, Р.А. Кайынбаева, Г.Ш. Султанбаева,
У.Ж. Джусипбеков, Н.Н. Кожабекова*

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

**E-mail: sultanbaeva@mail.ru*

Резюме. *Введение.* В Республике Казахстан наблюдается заметная тенденция к увеличению объемов промышленных отходов, в том числе от производства феррохрома. Проблемы техногенного загрязнения природной среды с каждым годом обостряются и начинают приобретать глобальные масштабы. Отходы техногенного производства феррохрома содержат высокотоксичный и канцерогенный хром, отравляющий воду, почву, негативно влияющий на жизнедеятельность всех живых организмов. Шлаки содержат значительное количество ценных компонентов, используемых в различных отраслях промышленности, и прежде всего, хром, безвозвратно теряющийся при хранении. Главной задачей по-прежнему остается разработка процессов утилизации промышленных отходов, снижающих антропогенную нагрузку на биосферу и обеспечивающих рациональное использование природных ресурсов. Цель работы - обосновать выбор способа переработки шлаков феррохромового производства. Выводы: Проведен анализ современной научной и патентной литературы по кислотной обработке и утилизации хромсодержащих шлаков производства рафинированного и высокоуглеродистого феррохрома. Следует отметить, что описанные способы различных способов переработки шлаков производства феррохрома, несмотря на их доступность, характеризуются многостадийностью и не позволяют осуществить полную переработку шлаков производства феррохрома в Казахстане. В настоящее время в Казахстане имеется избыток производства серной кислоты, поэтому становится целесообразным использование серной кислоты в качестве реагента для выщелачивания хрома из шлаков производства феррохрома. Можно ожидать, что в серной кислоте при определенных условиях, таких как нагрев, будет достигнута достаточно высокая степень извлечения хрома (III) в шлаках производства высокоуглеродистого хрома и в рафинированных феррохимических шлаках.

Ключевые слова: производство феррохрома, хромсодержащие шлаки, выщелачивание, разделение шлаков, серная кислота, шестивалентный хром, трехвалентный хром

Кадирбеков Кайрат Адырбекович доктор химических наук, профессор, заведующий лабораторией

Чернякова Раиса Михайловна доктор технических наук, профессор

Кайынбаева Раушан Алибековна кандидат технических наук

Султанбаева Гита Шамильевна кандидат технических наук

Умирзак Жумасилович Джусипбеков член-корреспондент НАН РК, профессор

Кожабекова Назым Нургудыровна кандидат химических наук

ҚЫШҚЫЛДЫҚ ӘДІСПЕН ФЕРРОХРОМ ӨНДІРІСІНІҢ ШЛАКТАРЫНАН ХРОМДЫ БӨЛІП АЛУДЫ АЙҚЫНДАУ

К.А. Кадирбеков, Р.М. Чернякова, Р.Ә. Кайыңбаева, Г.Ш. Сұлтанбаева, Ө.Ж. Жүсіпбеков, Н.Н. Қожабекова

«Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты» АҚ, Алматы, Қазақстан
*E-mail: sultanbaeva@mail.ru

Түйіндеме. *Кіріспе:* Қазақстан Республикасында өнеркәсіп қалдықтары көлемінің, оның ішінде феррохром өндірісінің айтарлықтай өсу үрдісі байқалады. Қазіргі уақытта табиғи ортаның техногендік ластану проблемалары жыл сайын шиеленісіп, жаһандық сипат ала бастады. Техногенді феррохром өндірісінің қалдықтарында суды, топырақты уландыратын, барлық тірі организмдердің белсенділігіне теріс әсер ететін өте улы және канцерогенді хром бар. Шлактардың құрамында өнеркәсіптің әртүрлі салаларында қолданылатын құнды компоненттердің айтарлықтай саны, ең алдымен, сақтау кезінде қайтарымызсыз жоғалатын хром бар. Биосфераға антропогендік қысымды төмендететін және табиғи ресурстарды тұрақты пайдалануды қамтамасыз ететін өнеркәсіптік қалдықтарды басқару процестерін дамыту басты міндет болып қала береді. *Жұмыстың мақсаты:* феррохром өндірісінің шлактарын өңдеу әдісін таңдауды негіздеу. *Қорытынды:* Тазартылған және жоғары көміртекті феррохром өндірісінің хромы бар шлактарды қышқылмен өңдеу және кәдеге жарату бойынша заманауи ғылыми және патенттік әдебиеттерге талдау жүргізілді. Айта кету керек, феррохром өндірісінің шлактарын өңдеудің әртүрлі әдістерінің сипатталған әдістері олардың қолжетімділігіне қарамастан, көп сатылы сипатқа ие және Қазақстанда феррохром өндірісінің шлактарын толық өңдеуге мүмкіндік бермейді. Қазіргі уақытта Қазақстанда күкірт қышқылын өндірудің артығы байқалады, сондықтан феррохром өндірісінің шлактарынан хромды шаймалау үшін реагент ретінде күкірт қышқылын қолданған жөн. Күкірт қышқылында қыздыру сияқты белгілі бір жағдайларда жоғары көміртекті хром өндірісінің шлактарында және тазартылған феррохром шлактарда хромды (III) алудың жеткілікті жоғары дәрежесіне қол жеткізіледі деп күтуге болады.

Түйін сөздер: феррохром өндірісі, құрамында хром бар шлактар, шаймалау, шлактарды бөлу, күкірт қышқылы, алты валентті хром, үш валентті хром

Кадирбеков Кайрат Адырбекұлы	<i>Химия ғылымдарының докторы, профессор, зертхана меңгерушісі</i>
Чернякова Раиса Михайловна	<i>техника ғылымдарының докторы, профессор</i>
Кайыңбаева Раушан Әлібекқызы	<i>техника ғылымдарының кандидаты</i>
Сұлтанбаева Гита Шамильевна	<i>техника ғылымдарының кандидаты</i>
Жүсіпбеков Өмірзақ Жұмасылұлы	<i>ҚР ҰҒА корреспондент-мүшесі, профессор, техника ғылымдарының докторы</i>
Қожабекова Назым Нұрғұдырқызы	<i>химия ғылымдарының кандидаты</i>

References

1. Kozlovskikh E.Yu., Doronin A.V., Bogomolova A.L., Zemlyanoy K.G. Hydrometallurgical processing of waste from the wet gas treatment of ferroalloy plants, **2015**, https://elar.urfu.ru/bitstream/10995/88715/1/eir_2014_2_019.pdf
2. Mamyraev A.A. *Toxicology of chromium and its compounds*. ISBN 9965-02-362-X - Atobe: LLP "Information and Printing Center - Kokzhiek", **2012**, 284. <https://textarchive.ru/>
3. Mamyraev A.A. Actual problems of chemical safety of urban areas in modern conditions. *Medical Journal of Western Kazakhstan (West Kazakhstan Medical)*,1(45) **2015**, 36-41. <http://zkgmu.kz/docs/journal/1.45.2015.pdf>

4. Trifonova T.A., Selivanova N.V., Selivanov O.G., Shirkin L.A., Mikhailov V.A. Utilization of galvanic sludge of complex composition. *Proceedings of the Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, **2012**, V. 14, No. 5(3), 850-852. <https://cyberleninka.ru/article/n/utilizatsiya-galvanoshlamov-slozhnogo-sostava/viewer>
5. Bessonova V.P., Ivanchenko O.E. Chromium in the environment. *Questions of bioindication and ecology*, **2011**, V. 16, No. 6, 13-29. <https://www.znu.edu.ua/>
6. Bessonova V.P., Ivanchenko O.E. Accumulation of chromium in plants and its toxicity. http://sites.znu.edu.ua/bioindication/issues/2011-16-2/_es__v.pdf
7. Makarov, V.M. Integrated disposal of sewage sludge from galvanic industries (galvanic sludge): Ph.D. dis. Dr. tech. Sciences: 03.00.16. Ivanovo, **2001**, 35. <https://www.dissercat.com/content/kompleksnaya-utilizatsiya-osadkov-stochnykh-vod-galvanicheskikh-proizvodstv-galvanoshlamov>
8. Bazhirov T.S., Protsenko V.S., Bazhirov N.S., Dauletiyarov M.S., Serikbayev B.Ye., Bazhirova K.N. Prospects for the inintegrated use of slag wastes from ferrochrome production for heat-resistant materials. *Ser. chemistry and technology*, **2020**, Vol. 6, No. 444, 111-118. <https://doi.org/10.32014/2020.2518-1491.105>
9. Ermagambetova Zh.S., Bazarbaeva S.M. Study of pollution of environmental components by chromium and boron compounds in the Aktobe region. <https://emirsaba.org/sbornik-soderjit-materiali-izbrannih-dokladov-uchastnikov-mejd.html?page=40>
10. Akhmadiev M. G., Shakirov F. F., Shaikhiev I. G. *Bulletin of the Kazan Technological University*, **2012**, 23, 2225. <https://cyberleninka.ru/article/n/identifikatsiya-protsessa-osazhdeniya-shestivalentnogo-hroma-reagentnym-metodom-v-technologii-ochistki-stochnykh-vod-galvanotekhniki>
11. Shakirov F.F., Akhmadiev M.G., Fridland S.V., Shaikhiev I.G. *Bulletin of the Kazan Technological University*, **2009**, 6, 267-275. <https://cyberleninka.ru/article/n/modelirovanie-protsessa-vosstanovleniya-shestivalentnogo-hroma-v-stochnykh-vodah>
12. Bakhvalov N.S., Zhidkov N.P., Kobelkov G.M. *Numerical methods*, M.: Nauka, **1987**, 356. <http://elibrary.bsu.edu.az/>
13. Kargina N.A., Fomin V.N. Extraction of magnesium oxide from chromate sludge using sulfamic acid. *International Scientific Research Journal*, **2017**, 64-68. <https://doi.org/10.23670/IRJ.2017.64.028>
14. Bazhirov T.S., Dauletiyarov M.S., Bazhirov N.S., Serikbayev B.E., Bazhirova K.N. Physical and chemical studies of slag of production of low-carbon ferrochrome – component of heat-resistant binder material. *News of higher educational institutions. Chemistry and chem. technology*, **2020**, 63, 6, 58-64. DOI:10.6060/ivkkt.20206306.6135. <http://ctj-isuct.ru/article/view/2623>
15. Bondarenko I. V., Tastanov E. A., Sadykov N. M-K., Ismagulova M. Sh. Processing of the mineral part of refined ferrochromium slags with the production of granular porous heat-insulating material. *Complex use of mineral raw materials*, **2018**, 4, 158-165. <https://www.researchgate.net/publication/328436957>
16. Rytvin V.M., Perepelitsyn V.A., Ponomarenko A.A., Gilvarg S.I. Ferrochrome aluminothermic slags are technogenic raw materials of multifunctional application. Part 1. *Material composition and properties of ferrochrome slags*. *New refractories*, **2017**, 10, 8-14. <https://doi.org/10.17073/1683-4518-2017-10-8-14>
17. Sariyev O.R., Musabekov Z.B., Dossekenov M.S. Disposal of slag of refined ferrochromium by obtaining a sintered and carbonized construction products. *Integrated use of mineral raw materials*, **2019**, 4, 26-34. <https://doi.org/10.31643/2019/6445.35https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/3.0/>
18. Barkhatov V.I., Dobrovolsky I.P., Kapkaev Yu.Sh. Wastes of productions and consumption - a reserve of building materials. Chelyabinsk: *Publishing House of Chelyab. state university*, **2017**, 477. <https://expo-books.ru/category/book?id=1544>
19. Ecomonitoring, Uralhydroexpedition, http://uralgidrogeo.ru/spravka/Ural_Tehnogeny.html
20. Taranina T.I., Kabanova L.Ya., Koroleva A.S., Zyryanov F.A. Stabilized slag of low-carbon ferrochromium of ChEMK OJSC: *mineral and petrographic features*, **2011**, 12, 62-71. <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=24860278>
21. Potapov D.S., Potapov S.S. Mineralogy of slags from the production of ferrochromium at the Chelyabinsk Electrometallurgical Plant. *Successes of modern natural sciences*, **2010**, 8, 23-25 <https://natural-sciences.ru/ru/article/view?id=8524>
22. Bazhirov T.S., Dauletiyarov M.S., Bazhirov N.S., Serikbayev B.E., Bazhirova K.N. Physical and chemical studies of slag of production of low-carbon ferrochrome – component of heat-resistant

binder material. News of higher educational institutions. *Chem. and chem.technology*, **2020**, 63, 6, 58-64. <https://doi.org/10.6060/ivkkt.20206306.6135>

23. Beukes J.P., Dawson N.F., Van Zyl P.G. Theoretical and practical aspects of Cr (VI) in South African ferrochrome industry. Proceedings of the Twelfth International Ferroalloys Congress (June 6-9). Helsinki. Finland, **2010**, 1, 53-62. <https://www.pyrometallurgy.co.za/InfaconXII/053-Beukes.pdf>

24. <https://ergr.ai.kz/ru/proekty> (accessed 08.12.21).

25. https://www.inform.kz/ru/ao-tnk-kazhrom-realizuet-proekt-po-pererabotke-lezhalyh-shlakov-ferrohroma_a2716031

26. freepatent.ru>MPK/c/C22/C22B/C22B34/C22B3432 method for obtaining chromite concentrate <https://www.google.kz/search?q=freepatent.ru>

27. Shomanova Zh., Safarov R., Tashmukhambetova Zh., Sassykova L., NosenkoYu., Mukanova R., Complex research of ferroalloys production wastes by physical and chemical methods, *Journ. of Chem. Technology and Metallurgy*, 56, 3, 2021, 629-636. https://journal.uctm.edu/node/j2021-3/23_19-158p629-636.pdf

28. By the end of 2022, Aktobe Ferroalloy Plant will complete the modernization of workshops that have been operating since the commissioning of the enterprise. <https://www.erg.kz/ru/news/1951>

29. Patent 29596 of Ukraine. A method for neutralizing sludge from chromate production. Karimov N.Kh., Okhotnikova N.A., Kotenko P.G. et al. Publ. 11.15. **2000**, bul. 6. <https://doi.org/10.23670/IRJ.2017.64.028>

30. Kozhamuratov R.U., Safarov R.Z., Shomanova Zh.K., NosenkoYu.G. Utilization of ferroalloy production waste. Int. Conf. "Global Science and Innovation 2017". Bursa, Türkiye, **2017**, 207-213. <http://inramtech.ru/>

31. Taranina T.I., Kabanova L.Y., Korolev A.S., Zyryanov F.A., Rakitin D.I. Development of technology for the recycling of the stabilized slag of low-carbon ferrochrome, produced by the CHEMK Open Joint-Stock Company with regards to its mineralogical and petrographic character, Mineralogical and technological evaluation of useful mineral deposits and problems in mineral opening. Petrozavodsk: KarRC RAS, **2011**, 86-90. <http://ig.krc.karelia.ru/publ.php?id=9548&plang=e>

32. Tripathy S.K., Banerjee P.K., Suresh N. Magnetic separation studies on ferruginous chromite fine to enhance Cr: Fe ratio, *Int. J. Miner. Metall. Mater.*, **2015**, 22, 217-224. DOI: 10.1007/s12613-015-1064-4 <https://link.springer.com/article/10.1007/s12613-015-1064-4>

33. Patent 22584 RK. *Method for extracting metal concentrate from slag*/ Tyulebaev S.Z., Alchibaeva R.T.: publ. 06/15/2010. Bull. 6. <https://kzpatents.com/4-ip22584-sposob-izvlecheniya-metallokoncentrata-iz-shlaka.html>

34. Patent No. 2052520 RF. *Method for processing decaying metallurgical slags*, IPC C22B7/04, C04B5 /00. Kusembaev S. Kh., Nurpeisov A. Kh., Novikov N. V., Tadzhibaev N. T., Moskov A. I., Petlyukh P. S. Publ. 01.20. **1996**. <https://patents.google.com/patent/RU2052520C1/ru>

35. Patent 2347622 RF, IPC B03B9/04; C22B7/04. *Processing method for dump decaying slag* / Privalov O. E., Razin A. B., Petlyukh P. S., Esenzhulov A. B., Karmanov R. T., Demin B. L., Grabeklis A. A. Patent holders: JSC TNK Kazchrome. Publ. 02.27. **2009**. Bull. 4. https://i.moscow/patents/su969674a1_19821030

36. Patent 2136376 RF, IPC B03B7/00; B03B9/06. S.Yu. Semidalov, Yu.N. Nevsky, N.Yu. Bushueva, G.I. Sergeev, A.F. Melnichenko, V.M. Rogov, S.Yu. Semidalov, S.Yu. Nevsky, N.Yu. and project. Institute of copper industry "Unipromed", JSC "Baturinsky GOK". Publ. 09.10.1999. <http://allpatents.ru/patent/2136376.html>

37. Patent 15277 RK. *A method for processing dump wastes of enrichment ("tails") of chrysotile-asbestos ores*. Dzhabarov N. N., Dzhabarov F. N., Niyazov A. R. Publ. 01.27. **2005**. <https://kzpatents.com/0-pp15277-sposob-pererabotki-otvalnyh-othodov-obogasheniya-hvostov-hrizotil-asbestovyh-rud.html>

38. Patent 1527305 RF, MPK S22V47/00, *Method for processing high-carbon ferrochrome slags*. Grabeklis A. A., Leontiev S. A., Kusembaev S. Kh., Donskoy S. A., Matvienko V. A., Skuratovich A. I. Publ. **1987**. <https://findpatent.ru/patent/152/1527305.html>

39. Patent 1604 RK, IPC C22B 7/04. *A method for processing high-carbon ferrochrome slags*. Novikov N.V., Moskov A.I., Nurpeisov A.Kh., Petlyukh P.S., Tadzhibaev N.T., Chulanov K.K., Kusembaev S.Kh. Publ. 12.15. **1994**. <https://patents.su/4-1527305-sposob-pererabotki-shlakov-vysokouglerodistogo-ferrohroma.html>

40. Patent 2181778 RF, IPC C22B1/00; B03B9/04 *Method for processing carbonaceous ferrochrome slag*. Grabeklis A.A., Demin B.L., Shatailov Yu.L., Maksimov V.V., Didenko S.I. Patentee(s): CJSC "EGIDA". Publ. 04.27.2002. <https://patents.google.com/patent/RU2187888C1/ru>
41. <https://gravicon.biz/obogaschenie-ferroshlakov/>
42. Akuov A.M., Tolymbekov M.Zh., Izbembetov Zh.Zh., Svyatov B.A., Samuratov E.K. Modern technology of smelting ferroalloys with disposal of waste slag. *Proceedings of KarSU*. 2007, 3, 48-50. https://www.researchgate.net/publication/322385993_Utilizaciya_othodov_ferrosplavnogo_proizvodstva
43. <http://refleader.ru/jgeqasatyqasma.html>
44. Dobrovolsky I. P., N. A. Bad. *Waste processing technology*: textbook. allowance. Chelyabinsk: Chelyab. state un-t, 2000, 219. <https://search.rsl.ru/record/01002929280>
45. Patent No. 2551729 RU. *A method for neutralizing chromium slag using the roasting method and blast furnace production*. IPC C22B7; C22B1/16/ Deng, Yong (CN), Li, Bingzheng (CN). Patentee: ChongqingRyuifanRenewableResources Development Co., Ltd. (CN). <https://patents.google.com/patent/RU2551729C2/en>
46. A.S. 443101 USSR, Class C22; C33/00. *Chromium extraction method*. Gray V.F., Bairamov B.I., Zaiko V.P. Publ. 15.12.1974. <https://elar.ufu.ru/handle/10995/27879?mode=full>
47. Patent 13472 Republic of Belarus, MPKS22S33/00; C21C5/28; C21C7/00 *Method for extracting metallic elements. In particular, metallic chromium from slags containing metal oxides in an electric arc furnace*. Rollinger, Bernt; Reichelb, Johan (DE). Patentee: SMS ZIMAG AKTIENGESELLSCHAFT (DE). Publ. 08.30.2006. <https://bypatents.com/5-13472-sposob-izvlecheniya-metallicheskih-elementov-v-chastnosti-metallicheskogo-hroma-iz-soderzhashhih-oksidy-metallov-shlakov-v-dugovojj-elektropechi.html>
48. Patent No. 2312912 RF, IPC S22V34/12. *Method for producing chromite concentrate*. Bogdanov I. A., Muradov G. S., Plyukhin V. F., Losev Yu. A. Patent holders: Bogdanov I. A. Publ. 12.20.2007. https://yandex.ru/patents/doc/RU2312912C2_20071220
49. A.S. No. 836177 USSR, Class. C 22 B 34/32. *Chromium ore beneficiation method*. Mazaletsky G.D., Ryabinin V.A., Plyshevsky Yu.S., Zakutsky V.L., Abaturov V.M., Karpova N.P., Vinogradov A.A., Fetisov V. A., Tereshchenko A.N., Vykhodtsev V.M. Publ. 06.07.1981. Bull. No. 21. <https://patenton.ru/patent/SU836177A1>
50. A.S. 975580 USSR, Class. C01G37/14 *Chromate sludge processing method* / B. P. Sereda, I. M. Ponomareva, E. V. Portnyagina, V. A. Ryabin, N. G. Nikitina, V. M. Sekirazh, B. A. Popov, Schmidt A. N., Vaulina A. A., Kineva E. A. Publ. 11.23.1982. Bull. 43. Electronic resource: https://i.moscowpatents/su969674a1_19821030
51. Patent 2281249 RF, IPC C01 G 37/14. *Chromate production sludge processing method*. Garkunova N.V., Tkachev K.V., Plyshevsky Yu.S., Zakharov K.N., Lasychenkov Yu.Ya. The owners of the patent RU 2281249 of the Russian Federation: "Federal State Unitary Enterprise Ural Scientific Research. Chem. Institute with a pilot plant. Publ. 08.10.2006. Electronic resource: <https://patents.google.com/patent/RU2083497C1/ru>
52. Kozlovskikh E.Yu., Doronin A.V. , Bogomolova A.L., Zemlyanoy K.G. *Hydrometallurgical processing of waste from the wet gas treatment of ferroalloy plants*. 2015. https://elar.ufu.ru/bitstream/10995/88716/1/eir_2014_2_020.pdf
53. A.S. 458602 USSR, Kl. C22B39. *Hydrometallurgical method for extracting chromium from ferrochrome production slags*. Khristenko B.N. Published 01.30.1975, Bull. 4. <https://patents.su/1-458602-gidrometallurgicheskij-sposob-izvlecheniya-khroma-iz-shlakov-ferrokromovogo-proizvodstva.html>
54. Kolesova O.V., Ostrovsky S.V., Basov V.N., Zipper A.A. Exploration studies on the extraction of chromium compounds from chromate production sludge. Bulletin of the Perm Nat. research polytechnic university Series: *Chemical technology and biotechnology*. 2014, 4, 76-87. <https://cyberleninka.ru/article/n/poiskovye-issledovaniya-po-izvlecheniyu-soedineniy-hroma-iz-shlamov-hromatnogo-proizvodstva>
55. Ibraev I.K., Ibraeva O.T., Suyundikov M.M. Utilization of chromium-containing sludge. *Metallurg*, 2012, <https://naukarus.com/utilizatsiya-hromsoderzhaschih-shlamov>
56. Merwe W., Beukes J.P., Zyl P.G. Cr(VI) formation during ozonation of Cr-containing materials in aqueous suspension - implications for water treatment, *Water SA*. 2012. V. 38, V. 4, 505-510. www.scielo.org.za.

57. Full-scale modelling of an ozone reactor for drinking water treatment. W. Audenaerta, M. Callewaerta, I. Nopens, J. Cromphout. *Chemical Engineering Journal*. **2010**. V. 157, V. 3, 551-557. <https://core.ac.uk/download/pdf/55796767.pdf>
58. Lovato M., Martin A., Cassano A. A reaction kinetic model for ozone decomposition in aqueous media valid for neutral and acidic pH. *Chemical Engineering Journal*. **2009**. V. 146, 3, 486-497. Electronic resource: <https://www.semanticscholar.org/paper/A-reaction-kinetic-model-for-ozone-decomposition-in-Lovato-Martin/fd499f94ec165f3595957cc023ec9014c819dc27>
59. Ostrovsky S.V., Starostin A.G., Basov V.N., Mikov A.G., Zipper A.A. Investigation of the chromium leaching process from chromate production sludge for the purpose of their utilization and neutralization. Bulletin of the Perm Nat. research polytechnic university Series: *Chemical technology and biotechnology*. Series: Chemical technology and biotechnology. **2016**. V. 3. P.75-91. <https://cyberleninka.ru/article/n/issledovanie-protsesssa-vyschelachivaniya-hroma-iz-shlamov-hromatnogo-proizvodstva-s-tselyu-ih-utilizatsii-i-obezvrezhivaniya/viewer>
60. Kargina N.A., Fomin V.N. Extraction of magnesium oxide from chromate sludge using sulfamic acid. *International Scientific Research Journal*. **2017**. V. 10 (64). Part 3, 64-68. DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2017.64.028>; Electronic resource: <https://research-journal.org/archive/10-64-2017-october/izvlechenie-oksida-magniya-iz-xromatnogo-shlama-s-primeneniem-sulfaminovoy-kisloty>
61. Trifonova T.A., Selivanova N.V., Selivanov O.G., Shirkin L.A., Mikhailov V.A. Utilization of galvanic sludges of complex composition. Proceedings of the Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences. **2012**. V. 14, 5(3). 850-852. http://ssc.smr.ru/media/journals/izvestia/2012/2012_5_850_852.pdf
62. Chebotareva A.A., Usoltseva I.O., Perederin Yu.V. Processing of metallurgical production slag to obtain chromium concentrate. XXI International Conference "Chemistry and Chemical Technology in the XXI Century". **2020**. 454-455. <https://earchive.tpu.ru/handle/11683/63465>
63. Drozdov A.A., Zlomanov V.P., Mazo G.N., Spiridonov F.M. – Inorganic chemistry: in 3 volumes. Yu.D. Tretyakova. V.3: Chemistry of transition elements. *Book 2: textbook for students. higher textbook establishments*. M.: Publishing Center "Academy", **2007**. 400. <http://www.chem.msu.ru/rus/books/2001-2010/inorg-book-vol2/welcome.html>
64. Oreshkina Yu.L., Perederin Yu.V., Usoltseva I.O. Extraction of magnesium oxide from chromium-containing raw materials. Electronic resource: Oreshkina Yu.L. https://university.msu.ru/archive/Lomonosov_2020_2/data/section_40_19565_doc_name.htm
65. Freepatent.ru/MPK/c/C22/C22B/C22B34/C22B3432 *Method for obtaining chromite concentrate* <https://patents.ru/patents/c22b-34-32>
66. C.a. 969674 SSSR. Sposob pererabotki hromatnyh shlamov / Sereda B.P., Ponomareva I.M., Ryabin V.A. i dr. Publ. 30.10.1982. <https://cyberleninka.ru/article/n/izvlechenie-oksida-magniya-iz-hromatnogo-shlama-s-primeneniem-sulfaminovoy-kisloty>
67. C.a. 975580 SSSR. Sposob pererabotki hromatnyh shlamov / Sereda B.P., Ponomareva I.M., Portnyagina E.V. i dr. Publ. 23.11.1982. <https://cyberleninka.ru/article/n/izvlechenie-oksida-magniya-iz-hromatnogo-shlama-s-primeneniem-sulfaminovoy-kisloty>
68. Patent 29596 Ukrainy. Sposob bezvrezhivaniya shlamov hromatnogo proizvodstva. Karimov N.H., Ohotnikova N.A., Kotenko P.G. i dr. Patent 29596 Ukraine. [Method for neutralizing sludge from chromate production]. Publ. 15.11.2000, Bul. 6. DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2017.64.028>
69. Patent 2083497 RF. Sposob pererabotki shlamov hromatnogo proizvodstva [Chromate production sludge processing method] Sereda B.P., Demidova O.V., Popov B.A. i dr. Publ. 10.07.1997. <https://research-journal.org/archive/10-64-2017-october/izvlechenie-oksida-magniya-iz-xromatnogo-shlama-s-primeneniem-sulfaminovoy-kisloty>
70. Patent 2281249 RF. Sposob pererabotki shlamov hromatnogo proizvodstva [Chromate production sludge processing method] Pyshevskij YU.S., Garkunova N.V. i dr. Publ. 10.08.2006. DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2017.64.028>
71. C.a. 969674 SSSR. Sposob pererabotki hromatnyh shlamov / Sereda B.P., Ponomareva I.M., Ryabin V.A. i dr. Publ. 30.10.82. <https://cyberleninka.ru/article/n/izvlechenie-oksida-magniya-iz-hromatnogo-shlama-s-primeneniem-sulfaminovoy-kisloty>
72. Patent 793409 SU Sposob izvlecheniya hroma iz hromitovoy rudy MPK B01D 11/04(2006.01), Publ.: 30.12.1980. <https://patent.ru/patent/SU793409A3>
73. Oreshkina YU.L., Perederin YU.V., Usoltseva I.O. Izvlechenie oksida magniya iz hromsoderzhashchego syr'ya. Tomsk, Rossiya. Lomonosov-msu.ru. (in Russ) <https://earchive.tpu.ru/handle/11683/56741?mode=full>

74. Strelec H.L. Elektroliticheskoe poluchenie magniya, H.L. Strelec. M.: Metallurgiya, [Electrolytic production of magnesium]. M.: Metallurgy, **2001**. <https://chemistry.ru/literatura/prochee/strelec-h.l.-elektroliticheskoe-poluchenie-magniya.-m.-metallurgiya-1972.-336-s.html>
75. Исақұлов Б.П., Сарсенов А.М. Western Kazakhstan for the production of lightweight concrete, Bulletin of Aktobe University named after S. Baishev, **2012** <https://articlekz.com/article/12301>
76. Zharmenov A.A., Tel'bayev S.A., Edenbayev S.S., ZHunusova G.ZH.; Ustemirov H.S.; Kal'yanovoj O.A.O pererabotkeshlamahromatnogoproizvodstva.[About the processing of sludge from chromate production]. (C.a. SSSR № 969674, Cl. C01G 37/02, 1982). <https://emirsaba.org/>
77. Ahmadiyev M.G., Shakirov F.F., Nazipova L.M. [idr.] Modelirovaniya processa vosstanovleniya shestivalentnogo hroma v stochnyh vodah. Vestnik Kazan. tekhnol. un-ta. [Simulation of the reduction process of hexavalent chromium in wastewater]. *Bull. of Kazan Techn. University*. **2014**. T. 17, No. 8. P. 47-49. (inRuss). <https://cyberleninka.ru/>
78. Ahmadiyev M. G., Shakirov F. F., Shajhiev I. G. Identifikaciya processa osazhdeniya shestivalentnogo hroma reagentnym metodom v tekhnologii ochistki stochnyh vod gal'vanotekhniki [Identification of the process of precipitation of hexavalent chromium by the reagent method in the technology of wastewater treatment of electroplating]. *23, 2225, Bull. Of Kazan Techn. University* (**2012**). <https://cyberleninka.ru/article/n/identifikatsiya-protsesta-osazhdeniya-shestivalentnogo-hroma-reagentnym-metodom-v-tehnologii-ochistki-stochnyh-vod-galvanotekhniki>
79. Shakirov F.F., Ahmadiyev M.G., Fridland S.V., Shajhiyev I.G. Modelirovanie processa vosstanovleniya shestivalentnogo hroma v stochnyh vodah. Vestnik Kazanskogo tekhnologicheskogo universiteta [Simulation of the reduction process of hexavalent chromium in wastewater] *Bulletin of Kazan Technological University*, **2009**, 6, 267-275. (in Russ). <https://cyberleninka.ru/article/n/modelirovanie-protsesta-vosstanovleniya-shestivalentnogo-hroma-v-stochnyh-vodah>
80. Bahvalov N.S., ZHidkov N.P., Kobel'kov G.M. CHislenyemetody.[Numerical methods]M.: Nauka, **1987**. 356. (in Russ)<http://elibrary.bsu.edu.az/>
81. Kargina N.A., Fomin V.N. Izvlechenie oksida magniya iz hromatnogo shlama s primeneniem sulfaminovoy kisloty. Mezhdunarodnyj nauchno-issledovatel'skiy zhurnal [Extraction of magnesium oxide from chromate sludge using sulfamic acid] *International Scientific Research Journal*. **2017**. 3 10 (64). 64-68. (in Russ). DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2017.64.028>
82. Lobanov D.A. Development of technology for the processing of technogenic slag formations in steelmaking with the production of marketable/ Diss. 2021. (in Russ). <https://www.dissercat.com/content/razrabotka-tehnologii-pererabotki-tehnogennykh-shlakovykh-obrazovaniy-staleplavilnogo-proi>
83. By the end of 2022, Aktobe Ferroalloy Plant will complete the modernization of workshops that have been operating since the commissioning of the enterprise. Electronic resource: <https://www.erg.kz/ru/news/1951>
84. Tsybul'skaya O.N., Ksenik T.V., Kisel A.A., Yudakov A.A., Perfiliev A.V., Chirikov A.Yu., Buravlev I.Yu. Neutralization of chromium-containing wastes of galvanic production Bulletin of the FEB of the RAS. 2015, V.4, 104-111. <https://cyberleninka.ru/article/n/obezvrezhivanie-hromsoderzhaschih-otodov-galvanicheskogo-proizvodstva/viewer>
85. Bazhirov T.S., Dauletiyarov M.S., Bazhirov N.S., Serikbayev B.E., Bazhirova K.N. Physical and chemical studies of slag of production of low-carbon ferrochrome – component of heat-resistant binder material. News of higher educational institutions. *Chem. And chem. technology*. **2020**. V. 63, 58-64. DOI:10.6060/ivkkt.20206306.6135 <http://journals.isuct.ru/tj/article/view/2623>
86. Bazhirov T.S., Protsenko V.S., Bazhirov N.S., Dauletiyarov M.S. Prospects for the integrated use of slag waste from the production of ferrochrome for the manufacture of heat-resistant materials. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan*. Series of Chemistry and Technology **2020**. No. 6(444). 111-118. DOI:10.32014/2020.2518-1491.105. <https://journals.nauka-nanrk.kz/chemistry-technology/article/view/714>
87. Bondarenko I. V., Tastanov E. A., Sadykov N. M-K., Ismagulova M. Sh. Processing of the mineral part of refined ferrochrome slag to obtain granulated porous heat-insulating material. *Complex use of mineral raw materials*. **2018**. V. 4. 158-165. <http://kims-imio.com/index.php/main/article/view/196>
88. Bashkatov N.N., Silina N.V. Ferrochrome slag as a filler for road construction and cement mortars. Electronic resource: rusnauka.com/4_SVMN_2007/Stroitelstvo/19187...

89. Patent No. 2312912 RF, IPC S22V34/12. *Method for producing chromite concentrate*, Bogdanov I. A., Muradov G. S., Plyukhin V. F., Losev Yu. A. Patent holders: Bogdanov I. A. Publ. 12.20.2007. yandex.ru/patents/doc/RU2312912C2_20071220.

90. Electronic resource: <https://inbusiness.kz/ru/news/v-kazahstane-nablyudaetsya-izbytok-proizvodstva-sernoj-kisloty>

91. Beukes J.P., Dawson N.F., Van Zyl P.G. Theoretical and practical aspects of Cr (VI) in South African ferrochrome industry. Proceedings of the Twelfth International Ferroalloys Congress (June 6-9), Helsinki, Finland. **2010**, V. 1, 53-62.

<https://www.pyrometallurgy.co.za/InfaconXII/000-CoverIntro.pdf>

92. Karataev O. R., Kudryavtseva E. S., Mingazetdinov I. Kh. Wastewater treatment from hexavalent chromium ions. *Bull. of the Kazan Techn. University*. **2014**, V.17, 2, 52-54. <https://cyberleninka.ru/article/n/ochistka-stochnyh-vod-ot-ionov-shestivalentnogo-hroma>

93. Baranova M.V., Sharifullina L.R. Study of the sorption activity of carbon materials to chromium (VI) ions. *Advances in Chem. and Chem. Technology*. **2017**, V. XXXI, 13, 60-62 https://elibrary.kaznu.kz/wp-content/uploads/2021/06/vestnik-kaznu.-seriya-himicheskaya_2020-99-4.pdf

94. Busarev A.V. Selyugin A.S., Sundukova E.N., Tukhbatullin R.F. To the issue of cleaning chromas -containing wastewater magazine. *Fundamental research* **2016**, No. 6 (1). 36-41. <https://fundamental-research.ru/ru/article/view?id=40367>

95. Imankulov Zh.I., Korchevsky A.A., Limeshkina E.S., Goncharova T.G., Yakovleva N.A., Almurzaeva S.I. Public health risk assessment as important criteria for target environmental quality indicators. Aktobe: State Institution "Department of Natural Resources and regulation of environmental management" of the regional akimatag. Aktobe, Journal of Problems evolution of open systems. **2009**, V. 11, 97-112. <https://peos.kaznu.kz/index.php/peos/article/view/167>

96. Barkhatov V. I., Dobrovolsky I. P., Kapkaev Yu. Sh. Waste production and consumption - a reserve of building materials : monograph. V. I. Barkhatov, I. P. Dobrovolsky, Yu. Sh. Kapkaev. Chelyabinsk: Publishing house Chelyab. state un-ta, **2017**. 477. <https://expo-books.ru/category/book?id=1544>

97. Electronic resource: inbusiness.kz/ru/news/v-kazahstane-nablyudaetsya-izbytok-proizvodstva-sernoj-kisloty; <https://inbusiness.kz/ru/news/v-kazahstane-nablyudaetsya-izbytok-proizvodstva-sernoj-kisloty>;

98. Karataev O.R., Kudryavtseva E.S., Mingazetdinov I. Kh. Wastewater treatment from hexavalent chromium ions. *Bulletin of the Kazan Technological University*. **2014**, V.17, 2, 52-54. <https://cyberleninka.ru/article/n/ochistka-stochnyh-vod-ot-ionov-shestivalentnogo-hroma/viewer>

99. Baranova M.V., Sharifullina L.R. Study of the sorption activity of carbon materials to chromium (VI) ions. *Advances in Chemistry and Chemical Technology*. **2017**, V. XXXI, 13, 60-62. <https://istina.msu.ru/publications/article/93889990/>

100. Kamaev D.N., Mostalygina L.V., Elizarova S.N. Purification of wastewater from chromium (VI) ions with bentonite clay in the presence of coagulants. *Vestnik KSU*. **2015**, V. 1, 96-100. <https://cyberleninka.ru/article/n/ochistka-stochnyh-vod-ot-ionov-hroma-vi-bentonitovoy-glinoy-v-prisutstvii-koagulyantov/viewer>

DETERMINATION OF THE CHEMICAL COMPOSITION OF COUSINIA MINDSCHELKENSIS B. FEDTSCH. BY GAS CHROMATOGRAPHY-MASS SPECTROMETRY METHOD

G.T. Sitpayeva¹, A.A. Kurmantayeva¹, A.H. Kenesbay²

¹ RSE on the REM "Institute of Botany and Phytointroduction" FWCM EGNR RK, Almaty, Kazakhstan

² Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: akerke_kenesbai@mail.ru

Abstract: *Introduction.* Vegetation is important component and factor of the redistribution of chemical elements in the landscape. One or another type of vegetation determines the amount and nature of soil organic matter, often affects the degree of development of browning processes, affects the chemical composition of the air, is an environmental indicator. The study and isolation of physiologically active compounds from plant raw materials and the determination of the place of their demand is the most important urgent task. *Cousinia mindschelkensis* B. Fedtsch. It is a rare species from the *Asteraceae*. *Methods.* In the Research Center of Medicinal Plants of the Al-Farabi KazNU, analyses were carried out for the determination of organic compounds by gas chromatography with mass spectrometric detection and analyses of 70% of alcohol extracts of the aboveground and underground parts species by the method of high-performance liquid chromatography on a liquid chromatograph. *Results.* Some of the components identified by GC-MS are biologically active compounds. The GC-MS method revealed the presence of 55 phytochemical compounds in the aboveground and 38 in the underground part of plants that can contribute to the medicinal properties of this species. *Conclusion.* Compounds have some important biological potential for future drug development. Of the aboveground part of the plant includes bicyclo[2.2.1]heptan-2-one, 1,7,7-trimethyl-, (1S)- (9.50%), hexadecanoic acid (8.05%), cis-Vaccenic acid (7.66%), 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (7.40%), hanphyllin (7.01%), 5,8-Dihydroxy-4a-methyl-4,4a,4b,5,6,7,8,8 a,9,10-decahydro-2(3H)-phenanthrene (6.51%), dibutyl phthalate (5.64%), while the underground part of the plant has a spike of components such as octacosane (26.84%), β -amyrin (22.35%), β -sitosterol (12.63%), 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (8.43%), 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- it is present both in the aboveground (7.40%) and in the underground part of the plant (8.43%).

Key words: Qualitative composition, *Cousinia mindschelkensis*, GC-MS, extract, endemic species, aboveground part, underground part, alcohol extracts, vegetation, chemical elements

Sitpayeva Gulnara Tokbergenovna Doctor of Biological Sciences. E-mail: sitpayeva@mail.ru

Kurmantayeva Alfia Aralovna Candidate of Biological Sciences.
E-mail: kurmanalfia@mail.ru

Kenesbay Akerke Hajymuratkyzy PhD student. E-mail: akerke_kenesbai@mail.ru

Citation: Sitpayeva G.T., Kurmantayeva A.A., Kenesbay A.H. Determination of the chemical composition of *Cousinia mindschelkensis* B. Fedtsch. by gas chromatography-mass spectrometry method. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 3(83), 60-69. DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.27>

1. Introduction.

The Syrdarya Karatau ridge is one of the most interesting and peculiar regions of Kazakhstan. All scientific researchers who visited the Karatau mountains noted the uniqueness of its vegetation cover in comparison with other ridges of the Tien Shan and made suggestions about the need to create a strictly protected area here [1].

There is an abundance of endemic and rare plant species and Karatau ranks first among the floristic regions of the republic in terms of the number of endemic species. Despite the small area of the region and the altitude above sea level, at least 1,500 species of higher vascular plants and more than 150 species of endemic and rare species grow here [2].

Wild plants have been used for the treatment of various diseases since the dawn of mankind. Among them were plants of the Compositae family, namely the genera elecampane, cornflower, burdock and topinambur [3,4].

Among the plant groups characteristic of the flora of the studied region are the rare, endemic species *Cousinia mindschelkensis* B. Fedtsch.

The novelty of the work, based on the results of the work carried out, the chemical composition of the species *Cousinia mindschelkensis* was studied for the first time by gas chromatography with mass spectrometric detection.

2. Experimental part

The aboveground and underground part of *Cousinia mindschelkensis* was collected in the Turkestan region, in the Sozak district, in the Syrdarya Karatau in the gorges of Kishikarakuys, Karaungir, Itmuryr and identified by the doctoral student Kenesbai Akerke. In the Research Center of Medicinal Plants of the non-commercial joint-stock company «Al-Farabi Kazakh National University», analyses were carried out for the determination of organic compounds by gas chromatography with mass spectrometric detection and analyses of 70% of alcohol extracts of the aboveground and underground parts of *Cousinia mindschelkensis* by high-performance liquid chromatography (HPLC) on a liquid chromatograph (Shimadzu LC-40) [5].

The extract was analyzed by gas chromatography with mass spectrometric detection (7890A/5975C). The sample volume is 0.5 µl, the sample input temperature is 280 °C, the flow division is 1:10. Separation was carried out using a chromatographic capillary column SLB-5MS with a length of 30 m, an inner diameter of 0.25 mm and a film thickness of 0.25 microns at a constant carrier gas velocity (helium) of 1 ml/min. The chromatography temperature is programmed from 40 °C (5 min exposure time) with a heating speed of 10 °C/min to 280 °C (15 min exposure time). Detection is carried out in SCAN mode m/z 34-850. Agilent MSD ChemStation software (version 1701EA) was used to control the gas chromatography system, record and process the results and data obtained. Data processing included determination of retention times, peak areas, as well as processing of spectral information obtained using a mass spectrometric detector. To decipher the obtained mass spectra, the Wiley 7th edition and NIST'02

libraries were used (the total number of spectra in the libraries is more than 550 thousand).

3. Results and discussion.

The method of gas chromatography with mass spectrometric (GC-MS) detection investigated the component composition of extracts of aboveground and underground parts of plant raw materials *Cousinia mindschelkensis*. The GC-MS chromatogram recorded 55 peaks in the aboveground and 38 in the underground part. Data processing included determination of retention times, peak areas, as well as processing of spectral information obtained using a mass spectrometric detector. The results are presented below (Table 1).

Table 1 - Results of chromatographic analysis of petroleum-ether extract of the aboveground part of *Cousinia mindschelkensis*

Holding time, min	Connectios	Probability of identification, %	%
13.09	Hexanoic acid, ethyl ester	79	0.76
13.26	Ethylene glycol diglycidyl ether	67	0.21
13.51	Decane, 4-methyl	85	0.20
13.87	Eucalyptol	91	2.17
14.12	Dodecane, 2.6.10-trimethyl-	80	0.51
14.29	1.5-Dimethyl-1-vinyl-4-hexenyl butyrate	62	0.33
14.92	Dodecane	78	0.31
15.00	Nonanal	83	0.80
15.20	Bicyclo[3.1.0]hexan-3-one, 4-methyl-1-(1-methylethyl)	90	0.74
15.39	Thujone	84	0.45
15.98	Bicyclo[2.2.1]heptan-2-one, 1.7.7-trimethyl-, (1S)-	94	9.50
16.37	Bicyclo[2.2.1]heptan-2-ol, 1.7.7-trimethyl-, (1S-endo)	90	1.19
16.46	Octanoic acid, ethyl ester	63	0.70
16.55	Dodecane	85	0.93
17.45	Nonanoic acid	83	1.00
17.62	2-Cyclohexen-1-one, 3-methyl-6-(1-methylethyl)-	72	0.39
17.71	Dodecane, 2.6.11-trimethyl	76	0.36
17.95	Nonanoic acid, ethyl ester	74	0.43
18.07	Tridecane	73	0.42
18.87	Decanoic acid	75	0.68
18.98	Eugenol	77	0.48
19.06	2(3H)-Furanone, dihydro-5-propyl	65	0.37

19.36	1-Tetradecanol	68	0.30
19.47	Tetradecane	90	1.95
20.55	1,3-Dioxane-4-methanol, 4,5-dimethyl	68	0.82
20.97	Phenol, 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)	80	0.57
21.08	6,8-Dioxapentadecane	65	0.67
21.49	Dodecanoic acid	74	0.70
22.03	Phthalic acid, ethyl pentadecyl ester	64	1.61
22.75	Cyclopentaneacetic acid, 3-oxo-2-pentyl-, methyl ester	75	0.68
23.22	2-Pentadecanone	65	0.90
23.86	Tetradecanoic acid	82	1.15
24.23	Tetradecanoic acid, ethyl ester	68	0.85
24.33	Octadecane	82	0.92
24.56	Isopropyl myristate	71	0.77
25.10	Phthalic acid, hept-4-yl isobutyl ester	81	1.89
26.00	Hexadecanoic acid	86	8.05
26.09	Dibutyl phthalate	92	5.64
26.32	Hexadecanoic acid, ethyl ester	77	1.90
26.40	Eicosane	71	0.82
26.81	5,8-Dihydroxy-4a-methyl-4,4a,4b,5,6,7,8,8a,9,10-decahydro-2(3H)-phenanthrenone	72	6.51
27.27	Acetic acid, chloro-, hexadecyl ester	73	0.95
27.72	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)	79	7.40
27.76	cis-Vaccenic acid	80	7.66
27.94	Hanphyllin	70	7.01
28.01	Ethyl Oleate	65	1.85
28.51	Shyobunone	63	1.58
28.57	Octadecanal	73	1.47
28.66	Tributyl acetylcitrate	74	1.14
29.16	Heptadecane, 9-hexyl	67	0.76
29.78	Oleic Acid	65	1.59
30.49	Hexadecanal	77	1.50
31.75	Diisooctyl phthalate	68	1.09
32.37	Octadecanoic acid, 17-methyl-, methyl ester	75	3.02
33.04	Octadecanal	78	3.29

Table 2 - Results of chromatographic analysis of petroleum - ether extract of the underground part of *Cousinia mindschelkensis*

Holding time, min	Connections	Probability of identification, %	
12.50	Heptanoic acid	73	0.17
13.09	Decane	85	0.22
13.34	Decane, 5-methyl	68	0.10
13.51	Decane, 4-methyl	83	0.14
13.87	Eucalyptol	92	0.73
14.12	Undecane	83	0.53
15.00	Nonanal	79	0.20
15.20	Thujone	87	0.31
15.39	Bicyclo[3.1.0]hexan-3-one, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-, [1S-(1 α ,4 β ,5 α)]	88	0.17
15.98	Camphor	94	4.79
16.38	endo-Borneol	88	0.42
16.55	Dodecane	87	0.59
16.67	L- α -Terpineol	81	0.32
17.44	Nonanoic acid	76	0.31
19.47	Tetradecane	90	0.68
20.97	Phenol, 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)	84	0.34
22.03	Hexadecane	66	0.93
23.86	Tetradecanoic acid	74	0.59
24.33	Octadecane	81	0.46
24.56	Isopropyl myristate	76	0.50
24.81	2-Pentadecanone, 6.10.14-trimethyl	80	0.79
25.10	Phthalic acid, hept-4-yl isobutyl ester	83	0.46
26.00	Hexadecanoic acid	84	3.57
26.09	Dibutyl phthalate	80	2.54
26.32	Hexadecanoic acid, ethyl ester	72	0.49
26.40	Heneicosane	71	0.46
27.57	2(3H)-Furanone, 5-dodecyldihydro-	71	0.47
27.72	9.12-Octadecadienoic acid (Z,Z)	82	8.43
27.95	Octadecanoic acid	60	2.11
28.28	Eicosane	82	0.63
28.66	Tributyl acetyl citrate	81	0.68
29.78	4.8.12.16-Tetramethylheptadecan-4-olide	63	0,81
30.11	Hexacosane	70	0.66

33.04	Octadecanal	72	0.58
35.24	Stigmasterol	65	2.98
38.16	Octacosane	90	26.84
38.84	β -Sitosterol	77	12.63
41.72	β -Amyrin	87	22.35

In this work, extracts of the aboveground and underground parts of the *Cousinia mindschelkensis* plant were studied by gas chromatography with mass spectrometric detection (GC-MS), one of the most widely used methods for separating phytochemicals. GC-MS study of extracts revealed the presence of 55 phytochemical compounds in the aboveground (Table 1) and 38 in the underground part of the *Cousinia mindschelkensis* plant (Table 2), which may contribute to the medicinal properties of this plant species. The identified basic compounds have some important biological potential for future drug development. The main composition in the aboveground part of the plant *Cousinia mindschelkensis* includes bicyclo[2.2.1]heptan-2-one, 1,7,7-trimethyl-, (1S)- (9.50%), hexadecanoic acid (8.05%), cis-Vaccenic acid (7.66%), 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (7.40%), hanphyllin (7.01%), 5,8-Dihydroxy-4a-methyl-4,4a,4b,5,6,7,8,8a,9,10-decahydro-2(3H)-phenanthrenone (6.51%), dibutyl phthalate (5.64%), while the underground part of the plant has a spike of components such as octacosane (26.84%), β -amyrin (22.35%), β -sitosterol (12.63%), 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (8.43%). 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- is present both in the aboveground (7.40%) and in the underground part of the plant (8.43%), but in different amounts. With the exception of the mentioned component, the main composition of the aboveground and underground parts of the plant are different.

Based on studies, some of the components identified by GC-MS are biologically active compounds. Hexadecanoic acid has some biological activities, such as antioxidant, hypocholesterolemic, nematocidal and pesticide. It is reported that (Z,Z)-9,12-Octadecadienoic acid (9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-) has an inhibitory effect on some bacterial species [6]. Cis-Vaccenic acid is an omega-7 fatty acid known for its antibacterial activity and hypolipidemic effect in rats [7]. Sesquiterpene hanphyllin (hanphyllin) has shown selective activity to reduce cholesterol levels [8]. It is known that octacosane has antimicrobial, antioxidant and anti-inflammatory effects [9]. In many *in vitro* and *in vivo* studies, it has been proven that β -Sitosterol (β -Sitosterol) has various biological properties, such as anxiolytic and sedative effects, analgesic, immunomodulatory, antimicrobial, antitumor, anti-inflammatory, hypolipidemic effects, hepatoprotective, protective action against NAFLD and respiratory diseases, wound healing effect, antioxidant and antidiabetic activity [10]. α , β -amyryns have been shown to exhibit different pharmacological activity *in vitro* and *in vivo* against various health-related conditions, including conditions such as inflammation, microbial, fungal and viral infections, and cancer cells. Beta-

amyrin has been found to exhibit antifungal and antimicrobial activity against certain microbes. When studying the leaves of *Siraitia grosvenorii*, β -amyrin and other biologically active compounds were obtained, and their activity against the growth of oral bacteria of the species *Streptococcus mutans*, *Actinobacillus actinomycetemcomitans* and *Fusobacterium nucleatum* and yeast *C. albicans* was evaluated *in vitro*. β -amyrin showed only slight inhibition of *Streptococcus mutans* and *Fusobacterium nucleatum* [11]. Dibutyl phthalate is one of the most widely produced and used plasticizers, and it is added to plastic to make it more flexible and malleable. DBP has been found to be an environmental pollutant and is considered an endocrine disruptor. Therefore, it is crucial to develop environmentally friendly alternatives to eliminate phthalate contamination. This compound is claimed to have antibacterial and anti-tumor properties.

4. Conclusion.

Thus, the study of extracts revealed the presence of 55 phytochemical compounds in the aboveground (Table 1, Fig. 1) and 38 in the underground part of the *Cousinia mindschelkensis* plant (Table 2, Fig. 2), which may contribute to the medicinal properties of this plant species. The identified basic compounds have some important biological potential for future drug development. Based on studies, some of the components identified by GC-MS are biologically active compounds. Hexadecanoic acid (hexadecanoic acid) has some biological activities, such as antioxidant, hypocholesterolemic, nematocidal and pesticide. It is reported that (Z,Z)-9,12-Octadecadienoic acid (9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-) has an inhibitory effect on some bacterial species.

Funding: The study did not receive any grants from funding organizations in the public, commercial or non-profit sectors.

Acknowledgements: The authors thank the staff of the "Karatau State Nature Reserve" as well as the staff of the Research Center of Medicinal Plants of the Al-Farabi Kazakh National University

Conflict of interest: The authors declare that there is no financial or personal conflict of interest that could affect the work presented in the article.

ГАЗ ХРОМАТОГРАФИЯ – МАСС СПЕКТРОМЕТРИЯ ӘДІСІМЕН COUSINIA MINDSCHELKENSIS В. FEDTSCH. ТҮРІНІҢ ХИМИЯЛЫҚ ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ

Г.Т. Ситпаева¹, А.А. Курмантаева¹, А.Х. Кенесбай²

¹ҚР ЭГТРМ ОЖДК "Ботаника және фитоинтродукция институты" ШЖҚ РМК, Алматы, Қазақстан

²әл -Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан

*E-mail: akerke_kenesbai@mail.ru

Түйіндеме. Кіріспе. Өсімдіктер ландшафттағы химиялық элементтерді қайта бөлудің маңызды құрамдас бөлігі және факторы болып табылады. Өсімдіктердің бір немесе басқа түрі топырақтың органикалық заттарының мөлшері мен сипатын анықтайды, көбінесе бурозем түзілу процестерінің даму дәрежесіне әсер етеді, ауаның химиялық құрамына әсер етеді және экологиялық көрсеткіш болып табылады. Қазіргі уақытта өсімдік шикізатынан физиологиялық белсенді қосылыстарды зерттеу және оқшаулау және олардың сұраныс орнын анықтау ең маңызды өзекті міндет болып табылады. *Cousinia mindschelkensis* В. Fedtsch. бұл күрделігүлділер тұқымдасына жататын, тасты –

қырышықты беткейлерде өсетін сирек кездесетін, эндемдік түр. *Әдістер.* Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті дәрілік өсімдіктердің ғылыми-зерттеу орталығында масс-спектрометриялық детекторлеумен газ хроматографиясы әдісімен органикалық қосылыстарды анықтауға талдау және *Cousinia mindschelkensis* В. Fedtsch түріне жер үсті және жерасты бөлігінің 70% спирттік сығындыларына талдау жүргізілді. *Нәтижелер және талқылау.* Зерттеулер негізінде GC-MS әдісімен анықталған кейбір компоненттер биологиялық белсенді қосылыстар болып табылады. GC - MS сығындыларды зерттеу жер бетінде 55 фитохимиялық қосылыстардың және жер асты бөлігінде 38-нің болуын анықтады *Cousinia mindschelkensis* бұл өсімдік түрінің емдік қасиеттеріне ықпал етуі мүмкін. *Тұжырым.* Алынған негізгі қосылыстар болашақта дәрі – дәрмек шығару үшін маңызды биологиялық әлеуетке ие. Өсімдіктің негізгі жер асты бөлігіне bicyclo[2.2.1]heptan-2-one, 1.7.7-trimethyl, (1S)- (9.50%), hexadecanoic acid (8.05%), cis-Vaccenic acid (7.66%), 9.12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (7.40%), hanphyllin (7.01%), 5.8-Dihydroxy-4a-methyl-4,4a,4b,5,6,7,8,8a,9,10-decahydro-2(3H)-phenanthrenone (6.51%), dibutyl phthalate (5.64%) кіреді, сондай – ақ өсімдіктің жер үсті бөлігі octacosane (26.84%), β -amyrin (22.35%), β -sitosterol (12.63%), 9.12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (8.43%). 9.12-Octadecadienoic acid (Z,Z) сияқты компоненттерге ие. Зерттеулер негізінде GC-MS әдісімен анықталған кейбір компоненттер биологиялық белсенді қосылыстар болып табылады. Гексадекан қышқылы (hexadecanoic acid) антиоксидант сияқты кейбір биологиялық белсенділікке ие, гипохолестеринемиялық, нематодцидтік және пестицидтік. 1 (Z,Z)-9.12 - октадекадиен қышқылы (9.12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-) бактериялардың кейбір түрлеріне тежегіш әсер етеді.

Түйінді сөздер: сапалы құрам, *cousinia mindschelkensis*, HC-MS, сығынды, эндемдік түр, жер асты бөлігі, жер үсті бөлігі, алкоголь сығындылары, өсімдіктер, химиялық элементтер

Ситпаева Гульнара Токбергеновна Биология ғылымдарының докторы

Курмантаева Альфия Араловна Биология ғылымдарының кандидаты

Кенесбай Ақерке Хажымұратқызы PhD

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА *COUSINIA MINDSCHELKENSIS* В. FEDTSCH. МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ – МАСС СПЕКТРОМЕТРИИ

*Г.Т.Ситпаева*¹, *А.А.Курмантаева*¹, *А.Х.Кенесбай*²

¹РГП на ПХВ "Институт ботаники и фитопроизводства" КЛХЖМ МЭГПР РК, Алматы, Казахстан.

²Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан

*E-mail: akerke_kenesbai@mail.ru

Аннотация. *Введение.* Растительность является достаточно важным компонентом и фактором перераспределения химических элементов в ландшафте. Тот или иной тип растительности определяет количество и характер органического вещества почв, часто оказывает влияние на степень развития буроземообразовательных процессов, влияет на химический состав воздуха, является экологическим индикатором. В настоящее время изучение и выделение физиологически активных соединений из растительного сырья и определение места их востребования является наиболее важной актуальной задачей. *Cousinia mindschelkensis* В. Fedtsch. является редким, эндемичным видом из семейства *Asteraceae* произрастающее на каменисто – щебнистых склонах и площадках. *Методы.* В Научно-исследовательском центре лекарственных растений НАО «Казахский национальный университет имени аль-Фараби» были проведены анализы на определение органических соединений методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием и анализы 70% спиртовых экстрактов надземной и подземной части *Cousinia mindschelkensis* В. Fedtsch. методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на жидкостном хроматографе. *Результаты и обсуждение.* На основании исследований некоторые из компонентов, выявленных методом ГХ-МС, являются биологически

активными соединениями. ГХ-МС исследование экстрактов выявило присутствие 55 фитохимических соединений в надземной и 38 в подземной части *Cousinia mindschelkensis* которые могут способствовать лечебным свойствам этого вида растений. **Заключение:** Выявленные основные соединения обладают некоторым важным биологическим потенциалом для будущей разработки лекарств. В основной состав в надземную часть растения входит bicyclo[2.2.1]heptan-2-one, 1,7,7-trimethyl-, (1S)- (9.50%), hexadecanoic acid (8.05%), cis-Vaccenic acid (7.66%), 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (7.40%), hanphyllin (7.01%), 5,8-Dihydroxy-4a-methyl-4,4a,4b,5,6,7,8,8a,9,10-decahydro-2(3H)-phenanthrenone (6.51%), dibutyl phthalate (5.64%), в то время как подземная часть растения обладает списком компонентов такие, как octacosane (26.84%), β -amyriin (22.35%), β -sitosterol (12.63%), 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (8.43%). 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- присутствует как в надземной (7.40%), так и в подземной части растения (8.43%), но в разных количествах.

Ключевые слова: Качественный состав, *Cousinia mindschelkensis*, ГХ-МС, экстракт, эндемичный вид, надземная часть, подземная часть, спиртовые экстракты, растительность, химические элементы

Ситпаева Гульнара Токбергеновна Доктор биологических наук

Курмантаева Альфия Араловна Кандидат биологических наук

Кенесбай Ақерке Хажымұратқызы PhD

References:

1. Rysmambetova G.M., Mannapova U. Endemic and rare plants of the Karatau ridge (Kazakhstan). *Akademicheskij zhurnal Zapadnoj Sibirii*, **2011**, 1, 25-28 (In Russ.). ISSN 2307-4701.
2. Sitpayeva G.T., Kurmantayeva A.A., Kenesbay A.A. *Cousinia mindschelkensis* B. Fedtsch. Sirek, endem turinin Kazahstan florasynadagy roli. *Vestnik Gosudarstvennogo Universiteta imeni SHakarima goroda Semei*, 2020, 3(91), 191-195 pp.
3. Turdumambetov K., Azhibaeva Z.S., Goncharova R.A., Ernazarova E.E. Development of a method for obtaining fructose syrups from glucofructan. *Izvestie NAN KR*, **2016**, 2, 25-28 pp. DOI: 10.14258/jcprm.2020015182.
4. Ivashchenko A. A. Some endemic representatives of Asteraceae family in the Kazakhstan part of the Western Tien Shan and Karatau. *Problemy botaniki YUzhnoj Sibiri i Mongolii*, **2020**, 19 (2), 234-238 pp. <https://doi.org/10.14258/pbssm.2020110> (in Russ.).
5. Siswadi S., Grace S.S. Phytochemical analysis of bioactive compounds in ethanolic extract of *Sterculia quadrifida* R.Br. *AIP Conference Proceedings*, **2021**, 56-59 pp.
DOI: <https://doi.org/10.1063/5.0053057>
6. Prabhakar S., Sakshi P., Himani B., Rakesh K. B. Screening of phytoconstituents and antibacterial activity of leaves and bark of *Quercus leucotrichophora* A. Camus from Uttarakhand Himalaya. *Clinical Phytosciense*, **2018**, 4, 69-71 pp.
DOI: <https://doi.org/10.1186/s40816-018-0090-y>.
7. Orazio T.S., Mariano S. a Trimethoxylated Flavone from *Achillea Wilhelmsii* C. Koch, Exerts Combined Lipid-Lowering and Mitochondrial Stimulatory Effects. *Antioxidants*, **2021**, 10(2), 52-55 pp. DOI: <https://doi.org/10.3390/antiox10071042>
8. Souti K., Akhil P., Surjyo J.B. Phytochemical evaluation and antimicrobial properties of *Trichosanthes dioica* root extract. *Journal of Pharmacy. Phytochemistry*, **2016**, 5(5), 12-15 pp. E-ISSN: 2278-4136.
9. Shyamaladevi B.S., An update on β -sitosterol: A potential herbal nutraceutical for diabetic management. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, **2020**, 131, 32-35 pp.
DOI: [10.1016/j.biopha.2020.110702](https://doi.org/10.1016/j.biopha.2020.110702)

10. Liliana.H.V., Javier P., Arturo N.O. The Pentacyclic Triterpenes α , β -amyrins: A Review of Sources and Biological Activities. *Phytochemistry – A Global Perspective of Their Role in Nutrition and Health*, **2019**, 5, 66-69 pp. DOI: 10.5772/27253

11. Madepalli B.,G., Thiyagaraj M.S., Antibacterial activity of di-butyl phthalate isolated from *Begonia malabarica*. *Journal of Applied Biotechnology & Bioengineering*, **2018**, 5, 56-60 pp. DOI: 10.15406/jabb.2018.05.00123

DETERMINATION OF TRITIUM IN VEGETATION IN THE OBSERVATION AREA OF REACTOR WWR-K IN KAZAKHSTAN

M.V. Krasnopyorova*, M.A. Severinenko, P.V. Kharkin, O.S. Milts,
V.A. Makarova, Zh.K. Sanalbay

RSE on REM "Institute of Nuclear Physics" of ME RK, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: marina.k@inp.kz

Abstract. *Introduction.* In assessing the impact of radiation-hazardous facilities on the environment and humans, considerable attention is currently paid to the problem of tritium and its compounds intake. It is important to note that to date there are no effective industrial technologies for efficient capture of this radionuclide. As a result, all the tritium produced during the operation of nuclear power plants with emissions and discharges is released into the environment. This leads to increased tritium concentrations in the environment, including vegetation. *The aim of this work* is to develop and adapt a set of methods for sample preparation and determination of tritium in vegetation samples. *Methodology:* A special Carbolite Gero MTT tube furnace was used to improve sample preparation methods and maximise the recovery of organically bound tritium from vegetation. Tritium was measured by liquid scintillation beta spectrometry. *Results and Discussion:* This research paper presents the results of the study and implementation of the method of tritium determination in vegetation near the VVR-K reactor located in the city of Almaty, Kazakhstan. *Conclusions:* The developed method of tritium determination in vegetation can be applied for radiation monitoring of tritium content and its compounds in the vicinity of nuclear industrial facilities. The presented data emphasise the need for systematic studies of tritium accumulation in environmental components. It is expected that in the future, using the implemented method, the studied area will be studied in detail, taking into account an extended set of factors: meteorological conditions, reactor operation mode and others. Thus, for a more complete and reliable assessment of tritium radionuclide activity determination, it is necessary to carry out works to determine the type of vegetation accumulating this isotope.

Key words: radioecology; vegetation; tritium; specific activity; WWR-K type reactor

Krasnopyorova Marina Vladimirovna *PhD. E-mail: marina.k@inp.kz*

Severinenko Maria Anatolievna *Master. E-mail: m.severinenko@inp.kz*

Kharkin Pavel Viktorovich *Head of Laboratory. E-mail: kharkin@inp.kz*

Milts Olga Sergeevna *Master. E-mail: o.milc@inp.kz*

Citation: Krasnopyorova M.V., Severinenko M.A., Kharkin P.V., Milts O.S., Makarova V.A., Sanalbay Zh.K. Determination of tritium in vegetation in the observation area of reactor WWR-K in Kazakhstan. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 3(83), 70-80. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.28>

*Makarova Varvara Aleksandrovna**Master, e-mail: varvara@inp.kz*

*Sanalbay Zhanar Kairatkyzy**Master, e-mail: zh.sanalbay@inp.kz*

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТРИТИЯ В РАСТИТЕЛЬНОСТИ В ЗОНЕ НАБЛЮДЕНИЯ РЕАКТОРА ВВР-К В КАЗАХСТАНЕ

М.В. Красножёрва^{}, М.А. Севериненко, П.В. Харкин, О.С. Мильц, В.А. Макарова*

Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан

**E-mail: marina.k@inp.kz*

Резюме. *Введение.* При оценке воздействия радиационно-опасных объектов на окружающую среду и человека в настоящее время уделяется значительное внимание проблеме поступления трития и его соединений. Важно отметить, что до настоящего времени не существует эффективных промышленных технологий для эффективного захвата этого радионуклида. В результате, весь тритий, образующийся при работе атомных энергетических установок с выбросами и сбросами, попадает в окружающую среду. Это приводит к увеличению концентрации трития в окружающей среде, включая растительность. *Целью данной работы* является разработка и адаптация комплекса методов пробоподготовки и определения трития в пробах растительности. *Методология:* Для улучшения методов подготовки проб и максимального извлечения органически связанного трития из растительности использовалась специальная трубчатая печь Carbolite Gero МТТ. Измерение трития проводили методом жидкосцинтилляционной бета-спектрометрии. *Результаты и обсуждение:* В данной исследовательской работе представлены результаты исследования и внедрения метода определения трития в растительности вблизи реактора ВВР-К, расположенного в городе Алматы, Казахстан. *Выводы:* Разработанный метод определения трития в растительности может быть применен для проведения радиационного контроля содержания трития и его соединений в окрестностях атомных промышленных объектов. Представленные данные подчеркивают необходимость системных исследований по изучению накопления трития в компонентах окружающей среды.

Ключевые слова: радиозекология, растительность, тритий, удельная активность, реактор типа ВВР-К

*Красножёрва Марина Владимировна**PhD*

*Севериненко Мария Анатольевна**магистр*

*Харкин Павел Викторович**заведующий лабораторией*

*Мильц Ольга Сергеевна**магистр*

*Макарова Варвара Александровна**магистр*

*Саналбай Жанар Кайраткызы**магистр*

1. Введение

В вопросах обеспечения радиационной безопасности ядерных установок, контроль содержания трития занимает особое место. В объеме газообразных выбросов в окружающую среду тритий занимает второе место после инертных радиоактивных газов. Но, в отличие от них, тритий, во-

первых, характеризуется более длительным периодом полураспада (12,6 лет), во-вторых обладает свойством эффективно включаться в состав биологической ткани, вызывая нарушения биомолекулярных связей в организме, и в-третьих, оказывать дозовую нагрузку на население за счет испускаемого β -излучения. По данным [1], почти 2/3 внутренней дозы приходится на поступление трития.

Необходимо отметить, что в настоящее время отсутствуют приемлемые промышленные технологии для эффективного улавливания трития [2], что приводит к его выбросам и сбросам в окружающую среду. В результате этого процесса, тритий, образующийся при работе атомных энергетических установок, накапливается в окружающей среде. Значимость проблемы трития при использовании атомных технологий описана в техническом отчете МАГАТЭ [3], в котором особое внимание уделяется сложности обнаружения и анализа содержания трития в различных средах. Все вышеназванные факторы демонстрируют необходимость проведения мониторинга и определения трития в окружающей среде в районе расположения источника его поступления, в частности от ядерных установок.

Эта тема имеет важное значение для Казахстана. Являясь лидером по добыче и производству урана в мире, решая вопросы расширения энергетического сектора, Казахстан становится на путь развития атомной энергетики. Поэтому для Казахстана актуальными являются исследования по разработке современных аналитических методик определения радионуклидного состава различных объектов окружающей среды для их дальнейшего использования с целью оценки влияния на окружающую среду объектов ядерной энергетики. Особую важность имеют высокочувствительные измерения концентраций трития в окружающей среде в зоне расположения радиационного объекта, с пределом обнаружения трития на уровне его естественной распространенности.

В рамках радиационного мониторинга в районе расположения реактора ВВР-К в г. Алматы при поддержке государственных научно-технических программ, Институт ядерной физики проводит исследования и внедрение новых методов обнаружения радионуклидов в окружающей среде. До настоящего времени радиационный мониторинг традиционно был ориентирован на контроль радионуклидов, которые были специфическими для непредусмотренных выбросов ядерных установок, а также радионуклидов - индикаторов нарушений в работе ядерных реакторов. В то же время накопленный мировой опыт эксплуатации ядерных установок убедительно доказывает [4], что при нормальной работе реактора указанные радионуклиды практически не поступают в окружающую среду. Это возможно только в аварийных ситуациях. В штатном же режиме работы большая часть дозовых нагрузок обусловлена не тяжелыми долгоживущими радионуклидами, а газами, такими как тритий и радиоуглерод.

В данной работе приводятся результаты исследования и внедрения метода определения трития в растительности в районе расположения реактора ВВР-К. Актуальность исследования вызвана тем, что при изучении поведения соединений трития в атмосфере и водных объектах достигнут значительный прогресс, однако на сегодняшний день известно недостаточно о его взаимодействии с растительностью. Одним из известных методов, используемых для извлечения трития из растительности, является метод вываривания [5]. Этот метод основан на принципе измерения растворимых в воде органических соединений трития, включая НТО. Определение трития в данном случае основано на превращении этого нуклида в растворенное состояние путем кипячения 1 кг растений в скороварке с использованием 1 литра фоновой воды.

Несмотря на свою видимую простоту, данный метод обладает рядом недостатков. Особенно следует отметить его требование к большим временным затратам для исследования и наличию больших объемов анализируемого материала. Однако самым существенным недостатком является то, что в процессе экстракции в воду переходят только растворимые органические соединения трития, в то время как соединения, встроенные в структуру мембран или органелл клетки, не извлекаются. В результате эти соединения не попадают в анализируемую пробу, что приводит к неполному учету трития. Если в образце присутствует значительное количество таких соединений, погрешность получаемых результатов становится значительной.

В настоящее время метод подготовки счётного образца путем сжигания выборочной пробы в специальном устройстве приобрел широкую популярность [6-7]. Одним из несомненных преимуществ данного метода является малый объем исследуемой пробы, относительно быстрый процесс получения материала для счётного образца и, что наиболее существенно, окисление всех соединений трития в пробе до тритиевого оксида. Таким образом, данный метод позволяет определить полное содержание трития в пробе с относительно низкой погрешностью получаемых результатов.

Для разработки методики оценки содержания трития в растительности мы выбрали второй вариант пробоподготовки, поскольку он наиболее точно позволяет определить содержание соединений трития в исследуемых образцах.

Экспериментальная часть

Объектом исследования является растительность, произрастающая на в зоне наблюдения реактора ВВР-К. Всего было отобрано 10 проб растительности (рис. 1) на территории предприятия (SP-1, SP-2, SP-3, SP-4, SP-8), на территории санитарной зоны (SP-5, SP-7, SP-9), а также на фоновой точке (SP-10), расположенной в 30 км от реактора. Поскольку основной целью являлась отработка методики пробоподготовки и

аналитических исследований, тип растительности не учитывался. Отбор проб проводился весной и осенью 2022 года.

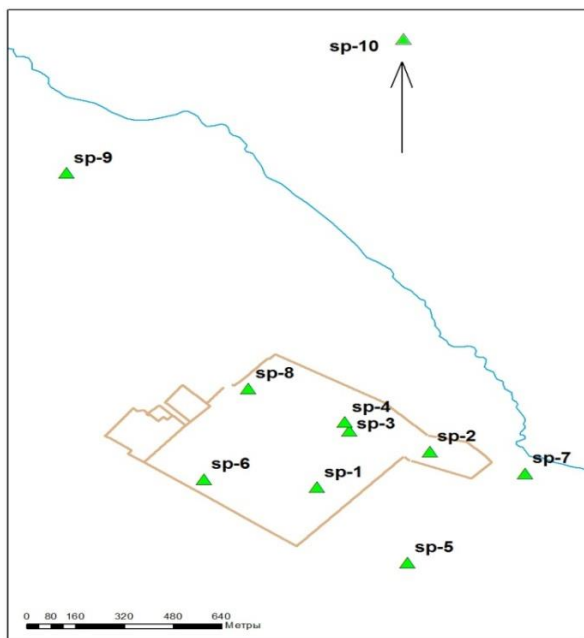


Рисунок 1 – Карта-схема точек отбора проб растительности на территории ИЯФ

Отбор проб растений для определения концентрации трития на участках исследования проводился методом «укосов». При этом травянистые растения срезались на высоте 1-3 см, крупнотравье – 4-6 см. Высушенные фрагменты растения удалялись, очищенные от посторонних предметов пробы помещались в полиэтиленовые пакеты. Отобранные пробы помещали в кулер-холодильник для предотвращения потерь влаги. Процесс отбора проб и пробоподготовки представлен на рисунке 2.



Рисунок 2 – Фото отбора проб растительности и последующей пробоподготовки

В качестве усовершенствования методов прободготовки и для наилучшего извлечения органически связанного трития из растительности использована трубчатая печь специального назначения для выделения трития Carbolite Gero MTT 12/38/850 [8] с выходной мощностью 3100 Вт, обеспечивающая максимальную температуру 1200°C.

Принцип работы печи заключается в том, что пробы помещаются в лодочки из кварцевого стекла, которые затем перемещаются внутри кварцевой трубки в центр зоны подачи пробы. На трубку устанавливается заглушка из боросиликатного стекла, а к противоположному концу трубки зоны каталитического разложения присоединяется одна или две барботерные ловушки с 20 мл 0.1 М раствора HNO_3 . Воздух пропускается через пробу, которая постепенно нагревается до максимальной температуры в соответствии с запрограммированным профилем нагрева. В зоне каталитического разложения продукты сгорания пробы пропускаются через медный катализатор, нагретым до 800°C, при этом все ионы трития окисляются до оксида трития, который осаждается в ловушках с азотной кислотой.

Объем собранной воды на выходе составил 10-11 мл в зависимости от влажности изначальной пробы. Для каждой пробы растительности параллельно определялась относительная влажность для дальнейших расчетов.

Из полученных в ловушках растворов готовят счётные образцы, которые измеряют на жидкостном сцинтилляционном счётчике Tri Carb 2900 TR, предназначенном для измерения альфа- и бета-излучателей природного и техногенного происхождения в окружающей среде и в промышленных образцах, после чего рассчитывают активность трития на 1 кг растительности.

Подготовленные счётные образцы выдерживали в тёмном месте в течение 12 часов для гашения фотолюминесценции, вызванной манипуляциями с пробой. Через 12 часов подготовленные счётные образцы измеряли на жидкостном сцинтилляционном счётчике Tri-Carb 2900 TR в соответствии с руководством пользователя [9].

Измерение скорости счета бета-частиц трития в смесях выполнено в течение 180 минут в энергетическом окне между шумовым порогом детектора и максимальной энергией бета-частиц трития (18.6 кэВ) с относительной эффективностью регистрации для выбранного диапазона измерений не менее 60%.

Результат измерения удельной активности трития в растительной пробе, X , Бк/г, на дату измерения, полагая плотность собранной водной пробы $\approx 1 \text{ г/см}^3$ и не значимую разницу в объемных активностях трития в исходной и в перегнанной водной пробе, вычисляют по формуле:

$$x = \frac{A \cdot k_p \cdot M}{k \cdot m \cdot 1000}, \quad (1)$$

где A – объемная активность водной пробы для бета-счета, Бк/дм³;

k_p – коэффициент разбавления при приготовлении пробы для бета-счета, по умолчанию $k_p=1$;

M – масса собранной водной пробы после сжигания растительной пробы, г;

k – поправочный коэффициент, учитывающий гашение при использовании метода внутреннего стандарта,

m – навеска растительной пробы, взятая на анализ, г.

Оценка метрологических параметров методики определения трития проведена с использованием жидкосцинтиляционной спектрометрии, включая статистическую обработку получаемых данных.

В качестве образца для оценки метрологических показателей запланировано использовать сертифицированный стандартный образец водно-связанного трития SRM4927F [10], аттестованное значение трития 1269,4 Бк/мл.

В результате внедрения метода проведена оценка следующих метрологических показателей:

– оценка среднего квадратичного отклонения, характеризующего повторяемость результатов единичных измерений активности трития в SRM4927F и показатель повторяемости;

– среднее квадратичное отклонение, характеризующее промежуточную прецизионность результатов измерения активности трития и показатель промежуточной прецизионности;

– оценка значения смещения результатов измерения активности трития в стандартном образце и ее значимость на фоне случайного разброса;

– оценка СКО не исключенной систематической погрешности;

– оценка показателя точности, который соответствует расширенной неопределенности с коэффициентом охвата $k=2$.

Результаты и обсуждение

Результаты определения трития в растительности представлены в таблице 1. Распределение уровней удельной активности трития между точками отбора проб представлено на рисунке 3.

Таблица 1 – Определение трития в растительности в зависимости от сезона

Точки отбора	Активность трития, Н-3, Бк/л (весна)	Активность трития, Н-3, Бк/л (осень)
SP-1	11.8±1.3	13.6±1.3
SP-2	13.8±1.5	15.6±1.3
SP-3	19.5±1.8	23.9±2.0
SP-4	18.1±1.7	19.4±1.8
SP-5	24.6±2.0	23.0±2.0
SP-6	20.2±2.0	13.8±1.2
SP-7	26.9±2.2	28.8±2.6
SP-8	20.3±2.0	24.7±2.2
SP-9	25.9±2.6	25.7±2.4
SP-10	14.2±1.3	14.9±1.3

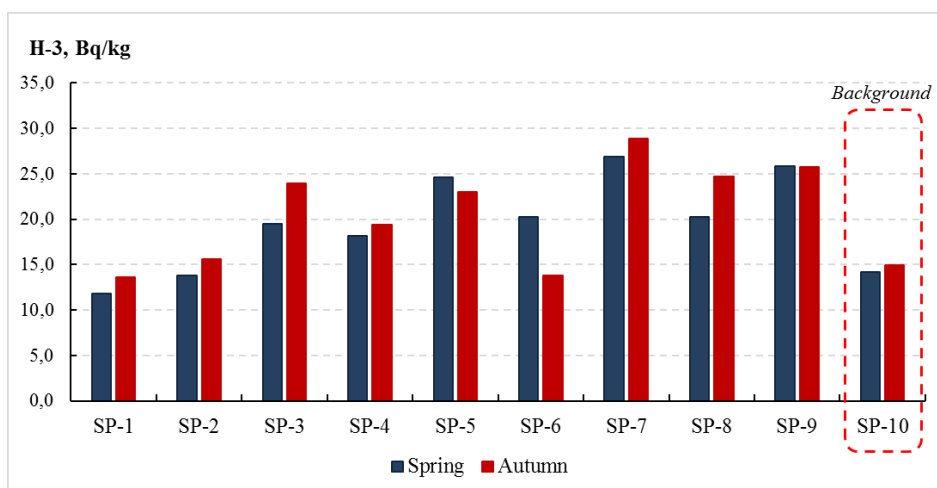


Рисунок 3 - Распределение значений удельной активности трития в растительности в точках отбора проб

Как видно из полученных данных диапазон активности трития в растительности в точках отбора проб, составляет 11.8-26.9 Бк/кг весной и 13.6-28.8 Бк/кг осенью, по сравнению с фоновым значением 14.2 Бк/кг 14.9 Бк/кг весной и осенью соответственно. В целом, зафиксированные значения удельной активности соответствуют фону и не представляют угрозы для окружающей среды и населения. Однако это утверждение носит предположительный характер и требует более детального исследования.

Разработанная методика определения трития в растительности может быть использована для проведения радиационного контроля содержания трития и его соединений в окрестностях объектов атомной промышленности.

Ожидается, что в будущем, с использованием внедрённого метода, будет детально изучена исследуемая площадь с учетом расширенного набора факторов: метеорологические условия, режим работы реактора и другое.

Таким образом, для более полной и достоверной оценки определения активности радионуклида трития необходимо провести работы по определению вида растительности, аккумулирующих данный изотоп.

Финансирование: Данные исследования финансировались Министерством энергетики Республики Казахстан в рамках научно-технической программы «BR09158958 «Развитие ядерно-физических методов и технологий для инновационной модернизации экономики Казахстана».

Конфликт интересов: Отсутствует конфликт интересов между авторами.

ҚАЗАҚСТАНДАҒЫ ВВР-К РЕАКТОРЫНЫҢ БАҚЫЛАУ АЙМАҒЫНДАҒЫ ӨСІМДІКТЕРДЕГІ ТРИТИЙДІ АНЫҚТАУ

М.В. Краснопёрова, М.А. Севериненко, П.В. Харкин, О.С. Милья, В.А. Макарова, Ж.К. Саналбай*

РМК Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

**E-mail: marina.k@inp.kz*

Түйіндемe. *Kіріспе.* Радиациялық қауіпті объектілердің қоршаған ортаға және адамға әсерін бағалау кезінде қазіргі уақытта тритий мен оның қосылыстарының ену проблемасына көп көңіл бөлінеді. Маңыздысы, осы уақытқа дейін бұл радионуклидті тиімді ұстаудың тиімді өндірістік технологиялары жоқ. Нәтижесінде шығарындылары мен төгінділері бар атом энергетикалық қондырғылары жұмыс істеген кезде пайда болатын барлық тритий қоршаған ортаға түседі. Бұл қоршаған ортадағы, соның ішінде өсімдіктердегі тритий концентрациясының жоғарылауына әкеледі. *Бұл жұмыстың мақсаты* өсімдік сынамаларында тритийді анықтау және сынама дайындау әдістерінің кешенін әзірлеу және бейімдеу болып табылады. *Әдістеме:* Сынамаларды дайындау әдістерін жақсарту және өсімдіктерден органикалық байланысқан тритийді максималды алу үшін арнайы CarboliteGeroМТТ құбырлы пеші пайдаланылды. Тритийді өлшеу сұйық сцинтилляциялық бета-спектрометрия әдісімен жүргізілді. *Нәтижелер мен пікірталас:* Осы зерттеу жұмысында Қазақстан, Алматы қаласында орналасқан ВВР-К реакторының жанындағы өсімдіктерде тритийді анықтау әдісін зерттеу және енгізу нәтижелері ұсынылған. *Қорытындылар:* Өсімдіктердегі тритийді анықтаудың әзірленген әдісін атом өнеркәсібі объектілерінің маңындағы тритий мен оның қосылыстарының құрамына радиациялық бақылау жүргізу үшін қолдануға болады. Ұсынылған деректер қоршаған орта компоненттерінде тритийдің жиналуын зерттеу бойынша жүйелі зерттеулердің қажеттілігін көрсетеді.

Түйінді сөздер: радиоэкология, өсімдік, тритий, меншікті белсенділік, ВВР-К типті реактор

<i>Краснопёрова Марина Владимировна</i>	<i>PhD</i>
<i>Севериненко Мария Анатольевна</i>	<i>магистр</i>
<i>Харкин Павел Викторович</i>	<i>зертхана меңгерушісі</i>
<i>Милья Ольга Сергеевна</i>	<i>магистр</i>

*Макарова Варвара Александровна**магистр*

*Саналбай Жанар Кайраткызы**магистр*

Список литературы

1. Management of Waste Containing Tritium and Carbon-14, Technical Reports Series No. 421. Vienna: IAEA; **2004**. https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/TRS421_web.pdf
2. Мазаник К. В., Скибинская А. Н., Киевицкая А. И. Тритий в ядерном топливном цикле // Сахаровские чтения 2021 года: экологические проблемы XXI века. – 2021. – С. 276-279. DOI: 10.46646/SAKH-2021-2-276-279
3. Vostrotnin V. V., Yanov A. Y., Finashov L. V. Tritium in environmental objects in the area affected by FSUE Mayak Production Association in 2014–15 // Journal of Radiological Protection. – 2021. – Т. 41. – №. 2. – С. S56. DOI 10.1088/1361-6498/abe8c8
4. Antonova, E.V., Antonov, K.L., Vasyanovich, M.E. *et al.* Tritium from the Molecule to the Biosphere. 1. Patterns of Its Behavior in the Environment. *Russ J Ecol* **53**, 253–284 (2022). <https://doi.org/10.1134/S1067413622040038>
5. Meng, D., Wang, W., Du, Y., et al., Tritium distribution in typical plants around tritium laboratory in south-west of China, *J. Environ. Radioact.*, 2021, vol. 227, art. ID 106504. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2020.106504>
6. Shozugawa K. et al. Landside tritium leakage over through years from Fukushima Dai-ichi nuclear plant and relationship between countermeasures and contaminated water // Scientific Reports. – 2020. – Т. 10. – №. 1. – С. 19925. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-76964-9>
7. Gusyev M. A. et al. Evaluating anthropogenic and environmental tritium effects using precipitation and Hokkaido snowpack at selected coastal locations in Asia // Science of The Total Environment. – 2019. – Т. 659. – С. 1307-1321. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.12.342>
8. Методика определения органических и неорганических соединений трития в пробах почвы и растительности. Свидетельство об аттестации № 5-4/22.01.00087-2012.
9. Kochetkov O. A., Monastyrskaya S. G., Kabanov D. I. Problems of anthropogenic tritium limitation (review) // Saratov Journal of Medical Scientific Research. **2013**. Vol. 9, № 4. P. 815–818.
10. Boyer C, Vichot L, Fromm M, Losset Y, Tatin-Froux F, Guetat P, et al. Tritium in plants: a review of current knowledge. *Environ Exp Bot* **2009**; 67:34–51. <https://doi.org/10.1016/j.envexpbot.2009.06.008>
11. Jeffers R, Parker G. Development, description and validation of a tritium environmental release model (TERM). *J Environ Radioact* **2014**; 127:95–104. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2013.10.002>
12. Handbook of Parameter Values for the Prediction of Radionuclide Transfer in Terrestrial and Freshwater Environments. Technical Reports. Series No. 472. Vienna: IAEA; **2010**. https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/trs472_web.pdf
13. Gröning M., Dargie M., Tatzber H. Seventh IAEA intercomparison of low-level tritium measurements in water (TRIC2004) // International Atomic Energy Agency, Isotope Hydrology Laboratory, Vienna. – **2007**. <http://www-naweb.iaea.org/NAAL/HL/docs/intercomparison/Tric2004/TRIC2004-Report.pdf>

References

1. Management of Waste Containing Tritium and Carbon-14, Technical Reports Series No. 421. Vienna: IAEA; **2004**. https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/TRS421_web.pdf
2. Mazanik K. V., Skibinskaya A. N., Kievitskaya A. I. Tritium in the nuclear fuel cycle // Sakharov Readings 2021: Environmental Problems of the XXI century. - 2021. - С. 276-279. DOI: 10.46646/SAKH-2021-2-276-279
3. Vostrotnin V. V., Yanov A. Y., Finashov L. V. Tritium in environmental objects in the area affected by FSUE Mayak Production Association in 2014–15 // Journal of Radiological Protection. – 2021. – Т. 41. – №. 2. – С. S56. DOI 10.1088/1361-6498/abe8c8

4. Antonova, E.V., Antonov, K.L., Vasyanovich, M.E. *et al.* Tritium from the Molecule to the Biosphere. I. Patterns of Its Behavior in the Environment. *Russ J Ecol* **53**, 253–284 (2022). <https://doi.org/10.1134/S1067413622040038>
5. Meng, D., Wang, W., Du, Y., et al., Tritium distribution in typical plants around tritium laboratory in south-west of China, *J. Environ. Radioact.*, 2021, vol. 227, art. ID 106504. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2020.106504>
6. Shozugawa K. et al. Landside tritium leakage over through years from Fukushima Dai-ichi nuclear plant and relationship between countermeasures and contaminated water //Scientific Reports. – 2020. – T. 10. – №. 1. – C. 19925. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-76964-9>
7. Gusyev M. A. et al. Evaluating anthropogenic and environmental tritium effects using precipitation and Hokkaido snowpack at selected coastal locations in Asia //Science of The Total Environment. – 2019. – T. 659. – C. 1307-1321. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.12.342>
8. Methodology for determination of organic and inorganic tritium compounds in soil and vegetation samples. Attestation certificate No. 5-4/22.01.00087-2012.
9. Kochetkov O. A., Monastyrskaya S. G., Kabanov D. I. Problems of anthropogenic tritium limitation (review) // Saratov Journal of Medical Scientific Research. **2013**. Vol. 9, № 4. P. 815–818.
10. Boyer C, Vichot L, Fromm M, Losset Y, Tatin-Froux F, Guetat P, et al. Tritium in plants: a review of current knowledge. *Environ Exp Bot* **2009**; 67:34–51. <https://doi.org/10.1016/j.envexpbot.2009.06.008>
11. Jeffers R, Parker G. Development, description and validation of a tritium environmental release model (TERM). *J Environ Radioact* **2014**; 127:95–104. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2013.10.002>
12. Handbook of Parameter Values for the Prediction of Radionuclide Transfer in Terrestrial and Freshwater Environments. Technical Reports. Series No. 472. Vienna: IAEA; **2010**. https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/trs472_web.pdf
13. Gröning M., Dargie M., Tatzber H. Seventh IAEA intercomparison of low-level tritium measurements in water (TRIC2004) //International Atomic Energy Agency, Isotope Hydrology Laboratory, Vienna. – **2007**. <http://www-naweb.iaea.org/NAALHL/docs/intercomparison/Tric2004/TRIC2004-Report.pdf>

SYNTHESIS AND BIOLOGICAL ACTIVITY OF NEW MORPHOLIN-CONTAINING THIOANHYDRIDES

I.N. Anuarbekova¹, Ye.S. Sycheva¹, D.B. Markina^{1,2}, M.S. Mukanova^{1,2*}

¹A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Almaty, Kazakhstan

²Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: chem_mukan@mail.ru

Abstract. *Introduction.* Morpholine is a promising and versatile six-membered heterocycle, a popular pharmacophore with a wide spectrum of biological and pharmacological activity. *The purpose of this work* is the synthesis of biologically active compounds, based on 3-morpholinepropylamine, the determination of the structure and biological activity of the synthesized compounds. *Results and discussion.* Acetic, propionic, benzoic, 4-chlorobenzoic and 2,4-dichlorobenzoic 3-morpholinopropylcarbamothioic thioanhydrides have been synthesized as a result of acylation of sodium 3-morpholypropylcarbadiithioate with the corresponding acid's chlorides. The synthesis has been carried out in acetone at the room temperature for 2 – 3 h. The structure of the synthesized compounds has been established on the basis of the elemental analysis data, IR spectra, ¹H and ¹³C NMR spectroscopy. *Conclusion.* As a result of the laboratory and field tests, it has been found that the use of morpholinopropylcarbamothioic thioanhydrides contribute to an increase in the seed shoot formation of wheat and spruce. Propionic 3-morpholinopropylcarbamothioic thioanhydride activates at a concentration of 0.01% the seedlings length of wheat seeds up to 5.1 cm and increases the germination of shoots up to 88%, and on spruce seeds, the seedlings length is 7.3 cm and the germination of shoots is 87% as compared with the control (4.4 cm, 86% and 4.0 cm, 84%), respectively. Benzoic (3-morpholinopropyl)carbamothioic thioanhydride has shown at a concentration of 0.01% a high shoot-forming ability, the length of shoots by cutting *Spiraea Vanhouttei* is on average 3.91 cm, as compared with the control (1.63 cm) and with the preparations Kornevin (2.58 cm) and KN-2 (3.59 cm).

Key words: sodium (3-morpholinopropyl) carbamodithioate, thioanhydrides, growth-stimulating and shoot-forming activity, wheat and spruce seeds

Anuarbekova Indira Niayzbekkyzy PhD of Chemical Sciences. E-mail: indikosha_1987@mail.ru

Sycheva Yelena Sergeyevna Candidate of Chemical Sciences.
E-mail: yelena-sycheva@yandex.kz

Markina Dariya Bazarbekovna Master of Engineering Sciences. E-mail: dimels_946@list.ru

Mukanova Meruyert Sissenbekovna Candidate of Chemical Sciences.
E-mail: chem_mukan@mail.ru

Citation: Anuarbekova I.N., Sycheva Ye.S., Markina D.B., Mukanova M.S. synthesis and biological activity of new morpholin containing thioanhydrides. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 3(83), 81-89. DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.29>

1. Introduction

Compounds, containing a morpholine molecule, are still considered one of the most demanded structural pharmacophores for the creation of medicinal preparations with a wide spectrum of effects [1]. Morpholine derivatives are widely used in medicine, such as antibiotic Linezolid [2], psychostimulant Phenmetrazine [3], antidepressant Moclobemide and antitumor preparation Gefitinib [4].

For decades, scientists have been synthesizing compounds involving the morpholine ring, which has led to the synthesis of pharmacophore substances responsible for the anti-inflammatory, antiviral, antimicrobial, anticonvulsant, antioxidant and antitumor activities [5, 6].

Morpholine derivatives have found application as solar cells [7], fluorescent probes for the detection of HClO [8] and Hg²⁺ [9], surfactant as a collector for the reverse flotation separation of halite from carnallite ore [10, 11], and are also effective materials for protecting marine vessels from biocorrosion [12]. In addition, the preparation "Fenpropimorph" is widely used in agriculture as a fungicide for crops.

The analysis of scientific and technical literature shows that increased interest in morpholine derivatives is associated with a wide range of practically useful properties of these compounds, many of which are used both in the chemical industry and in medicine.

2. Experimental part

The progress of the reactions and the purity of the products were monitored by thin-layer chromatography on Silufol UV-254 plates with the display of spots of the compounds with iodine vapor, eluent ethanol/benzene (1/3) and acetone/hexane (1/4). The IR spectra were recorded on a Nicolet 5700 spectrometer in tablets with KBr. The melting points of the compounds were determined on a Hanon MP450 instrument. The ¹H and ¹³C NMR spectra of the compounds were recorded on a JNM-ECA 400 spectrometer (Jeol) with the operating frequency of 400 (¹H) and 100 MHz (¹³C) in the deuterated DMSO-*d*₆ solution. The elemental analysis was carried out on a Rapid Micro N Cube elemental analyzer (Elementar, Germany).

Acetic (3-morpholinopropyl)carbamothioic thioanhydride (1). A solution of 0.31 g (0.0036 mol) of acetic chloride was added dropwise to a solution of 1 g (0.0036 mol) sodium (3-morpholinopropyl)carbamodithioate in 20 ml of acetone with stirring. The mixture was stirred at the room temperature of 22°C for two hours. The solvent was distilled off in a water-jet pump vacuum, the product was isolated by recrystallization from hexane. Yield 0.5 g (50%), R_f 0.36 (ethanol/benzene, 1/3), m.p. 168 °C. Found, %: C 45.93; H 7.05; N 10.79; S 24.57. C₁₀H₁₈N₂O₂S₂. Calculated, %: C 45.77; H 6.91; N 10.68; S 24.44. IR spectra (KBr), ν, cm⁻¹: 618 (C–S), 1106 (C=S), 1645 (C=O), 3155 (NH). NMR ¹H spectra (DMSO-*d*₆), δ, ppm: 2.46 (s, 3H, CH₃); 1.77 (m, 2H, CH₂); 3.03 (t, 2H, CH₂NH); 2.46 (t, 2H, CH₂N-); 3.05 (t, 4H, N(CH₂)₂); 3.85 (t, 4H, O(CH₂)₂); 8.12

(s, 1H, NH). NMR ^{13}C spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 23.1 (CH_3); 23.0 (CH_2); 36.3 (CH_2NH); 40.6 (N- CH_2); 54.4 (N(CH_2) $_2$); 63.6 (O(CH_2) $_2$); 169.9 (C=O); 173.3 (C=S).

Propionic 3-morpholinopropylcarbamothioic thioanhydride (2) was synthesized in a similar way. Yield 0.7 g (70%), R_f 0.12 (ethanol/benzene, 1/3), m.p. 180°C. Found, %: C 47.69; H 7.48; N 10.02; S 23.43. $\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}_2$. Calculated, %: C 47.80; H 7.29; N 10.13; S 23.20. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 626 (C-S), 1111 (C=S), 1663 (C=O), 3342 (NH). NMR ^1H spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 0.92 (s, 3H, CH_3); 1.76 (m, 2H, CH_2); 2.12 (m, 2H, CH_2CH_3); 3.03 (t, 2H, CH_2NH); 2.96 (t, 2H, CH_2N -); 3.32 (t, 4H, N(CH_2) $_2$); 3.82 (t, 4H, O(CH_2) $_2$); 8.10 (s, 1H, NH). NMR ^{13}C spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 9.9 (CH_3); 23.1 (CH_2); 36.4 (N- CH_2); 51.5 (CH_2NH); 54.7 (N(CH_2) $_2$); 63.7 (O(CH_2) $_2$); 169.9 (C=O); 172.7 (C=S).

Benzoic (3-morpholinopropyl)carbamothioic thioanhydride (3) was synthesized in a similar way. Yield 0.7 g (57%), R_f 0.14 (ethanol/benzene, 1/3), m.p. 168°C. Found, %: C 55.33; H 6.21; N 8.93; S 19.57. $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}_2$. Calculated, %: C 55.01; H 6.01; N 9.13; S 19.11. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 682 (C-S), 1105 (C=S), 1690 (C=O), 3116 (NH). NMR ^1H spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 1.93 (m, 2H, CH_2); 3.32 (t, 2H, CH_2NH); 2.45 (t, 2H, CH_2N -); 3.06 (t, 4H, N(CH_2) $_2$); 3.84 (t, 4H, O(CH_2) $_2$); 7.42 (t, 2H, Ar); 7.85 (t, 1H, Ar); 8.07 (d, 2H, Ar); 8.36 (s, 1H, NH). NMR ^{13}C spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 23.7 (CH_2); 42.9 (CH_2NH); 51.4 (N- CH_2); 53.6 (N(CH_2) $_2$); 63.3 (O(CH_2) $_2$); 128.8, 130.2, 134.7 (Ph); 168.7 (C=O); 169.3 (C=S).

4-Chlorobenzoic (3-morpholinopropyl)carbamothioic thioanhydride (4) was synthesized in a similar way. Yield 2.0 g (67%), R_f 0.52 (acetone/hexane, 1/4), m.p. 104°C. Found, %: C 50.33; H 5.43; N 7.93; S 17.57. $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{ClN}_2\text{O}_2\text{S}_2$. Calculated, %: C 50.20; H 5.34; Cl 9.88; N 7.81; S 17.87. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 705 (C-S), 1068 (C=S), 1647 (C=O), 3123 (NH). NMR ^1H spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 1.90 (s, 2H, CH_2); 3.28 (t, 2H, CH_2NH); 2.96 (t, 2H, CH_2N -); 3.04 (t, 4H, N(CH_2) $_2$); 3.78 (t, 4H, O(CH_2) $_2$); 7.46 (d, 2H, Ar); 7.86 (d, 2H, Ar); 8.74 (s, 1H, NH). NMR ^{13}C spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 24.0 (CH_2); 37.2 (CH_2NH); 54.6 (CH_2N -); 51.7 (N(CH_2) $_2$); 64.0 (O(CH_2) $_2$); 129.6, 130.3, 131.6, 133.5, 136.5, 138.2 (Ar); 165.7 (C=O); 166.9 (C=S).

2,4-Dichlorobenzoic (3-morpholinopropyl)carbamothioic thioanhydride (5) was synthesized in a similar way. Yield 1.0 g (64%), R_f 0.56 (acetone/hexane, 1/4), m.p. 92°C. Found, %: C 45.95; H 4.73; N 7.27; S 16.48. $\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2\text{S}_2$. Calculated, %: C 45.80; H 4.61; Cl 18.03; N 7.12; S 16.30. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 667 (C-S), 1049 (C=S), 1693 (C=O), 3152 (NH). NMR ^1H spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 1.77 (m, 2H, CH_2); 3.25 (t, 2H, CH_2NH); 2.70 (t, 2H, CH_2N -); 2.66 (t, 4H, N(CH_2) $_2$); 3.66 (t, 4H, O(CH_2) $_2$); 7.42 (dd, 1H, Ar); 7.58 (t, 2H, Ar); 8.52 (s, 1H, NH). NMR ^{13}C spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 25.1 (CH_2); 37.5 (CH_2NH); 55.4 (CH_2N -); 52.7 (N(CH_2) $_2$); 65.3 (O(CH_2) $_2$); 127.8, 129.6, 131.6, 132.6, 134.6, 136.3 (Ar); 165.9 (C=O); 168.9 (C=S).

Biological studies of the compounds were carried out at Zh. Zhiyembayev Kazakh Research Institute of Quarantine and Plant Protection LLP and RSE Institute of Botany and Phytointroduction Forestry and Wildlife Committee of the Ministry of Ecology and Natural Resources of the Republic of Kazakhstan.

Laboratory experiment.

Object of the study: seeds of wheat and spruce. The experimental samples were laid in 3-fold repetition of 50 seeds. The duration of the experiment was 3 - 7 days. The experiment was carried out according to the scheme: 1. Control (water). 2. Compound 2 at a concentration of 0.01%.

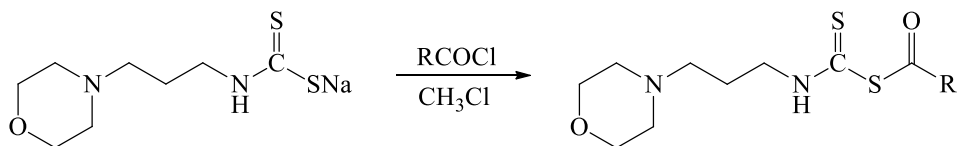
Field experiment.

In the experiment, semi-lignified cuttings of *Spiraea Vanhouttei* 8–9 cm long, with three buds in an amount of 65 pieces, were soaked in a solution of compound 3 with concentrations (0.001%, 0.01%) for 6 hours. The cuttings were planted in a greenhouse with a prepared substrate (soil:sand). The duration of the experiment was 4 months. Within 4 months, the cuttings were watered.

3. Results and discussion

One of the promising branches of the study of nitrogen-containing heterocyclic compounds is the synthesis, transformations and biological activity of morpholine derivatives.

Synthesis of thioanhydrides, based on sodium 3-morpholinopropylidithiocarbamates was carried out by acylation of dithiocarbamate with the corresponding acid chlorides (acetic, propyl, benzoic, 4-chlorobenzoic, and 2,4-dichlorobenzoic) in acetone at the room temperature.



1 R = CH₃; 2 R = C₂H₅; 3 R = C₆H₅; 4 R = 4-ClC₆H₄; 5 R = 2,4-Cl₂C₆H₃.

As a result of processing the reaction mixtures in the individual form of morpholine thioanhydrides of dithiocarbamic acid 1-5 were obtained with the corresponding yields of 50-70%.

The structure and the composition of the synthesized compounds 1-5 was determined, based on the IR spectra and ¹H and ¹³C NMR spectroscopy and elemental analysis data.

In the IR spectra of the compounds 1-5, an absorption band of stretching vibrations of the NH group appears in the region 3116-3342 cm⁻¹. The absorption band of stretching vibrations of the C=S group is present in the region of 1106-1111 cm⁻¹. There is an absorption band of the C-S bond in the region of 618-705 cm⁻¹. The formation of thioanhydrides was evidenced by the presence in the IR

spectra of an intense absorption band of the C=O group in the region of 11645-1693 cm^{-1} .

There are signals of carbon atoms of the methyl group in the region of the spectrum δ 23.0-55.4 ppm in the ^{13}C NMR spectrums of compounds 1-5. The cyclic carbon atoms of morpholine $-(\text{CH}_2)_2\text{N}-$ and $-\text{O}(\text{CH}_2)_2$ resonate in the region of δ 51.7-54.7 ppm and δ 63.3-65.3 ppm, respectively. The signal of the carbon atom of the C=O group appears in the low field region δ 165.7-169.9 ppm. The carbon atom of the C=S group resonates in the weak field δ 166.3-173.3 ppm.

The biological study was carried out to investigate the effect of thioanhydride 2 on the sowing qualities of wheat and spruce seeds under the laboratory conditions. The growth-stimulating activity of the studied compound 2 is evaluated by two parameters: the length of the seedlings and the germination of the shoots. Compound 2 activates at a concentration of 0.01% the length of wheat seedlings up to 5.1 cm and increases the germination of shoots up to 88%, as compared with the control. Thus, compound 2 activates on spruce seeds the length of seedlings up to 7.3 cm and increases the germination of shoots up to 87%. (Table 1).

Table 1 – Growth-stimulating activity of the compound 2

Preparation concentration, %	Seedling length, cm	Shoot germination, %
Wheat seeds		
Control (Water)	4.4	86
Compound 2, 0.01%	5.1	88
Spruce seeds		
Control (Water)	4.0	84
Compound 2, 0.001%	7.3	87

The field experiment was carried out to identify the root-forming activity of the obtained substances and to determine the effect of compounds on the growth and development of the shoots and the root system of spirea cuttings (Figures 1, 2).

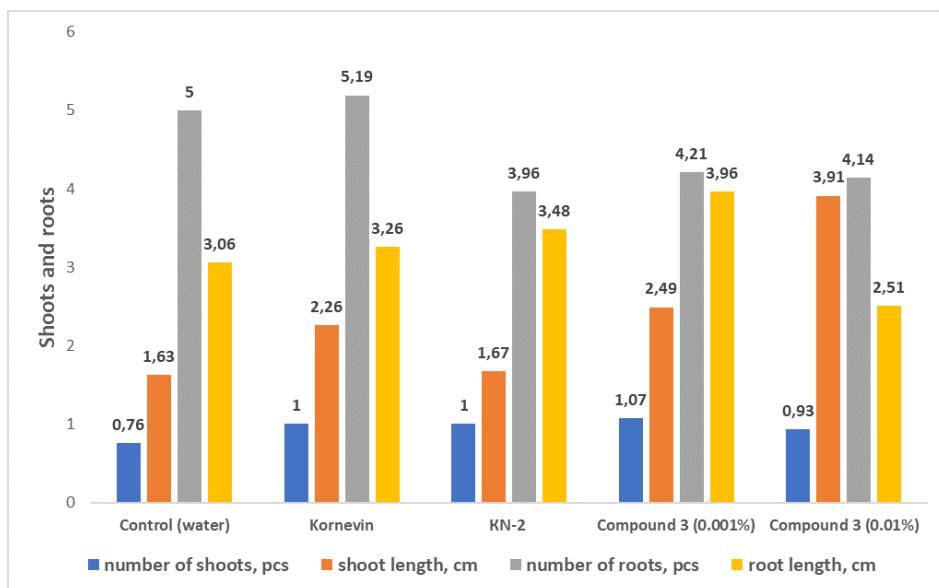


Figure 1 – Shoot- and root-forming activity of compound 3.

Figure 1 shows that compound 3 exhibits moderate root-forming activity as compared with the control and standard preparations Kornevin and KN-2, which showed a higher activity.

The shoot-forming ability of the studied preparation was determined by two parameters: the number and length of the formed shoots.

Compound 3 at the concentration of 0.01% showed a good shoot length of 3.91 cm compared to the control (1.63 cm) and the standard preparations Kornevin (2.58 cm) and KN-2 (3.59 cm), respectively (Figure 1). The number of shoots formed on the semi-lignified cuttings of spirea was at the concentration of 0.01% in the same range of 0.76-1.12 pcs depending on experience.

Figure 2 shows that the percentage of the root formation of cuttings at the concentration of 0.01% has a similar interval between indicators from 42% to 45%, depending on the variant of the experiment. Thus, preparation 3, developed by us, contributes to the growth of the crown of *Spiraea Vanhouttei* shrubs.

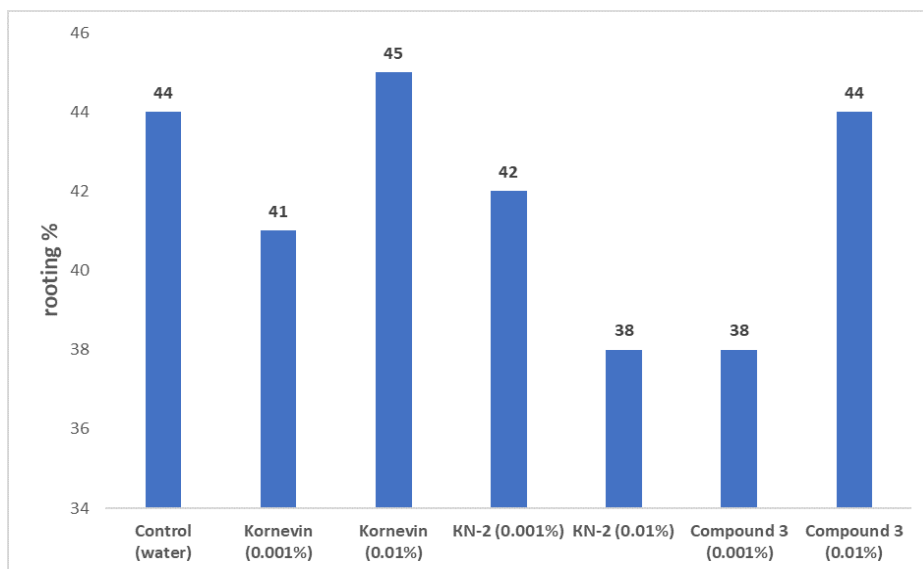


Figure 2 – The effect of compound 3 on the number of the rooted cuttings of *Spiraea Vanhouttei* at the concentrations of 0.01 and 0.001%.

4. Conclusion

An acylation reaction of heterocyclic amine dithiocarbamate based on 3-morpholinopropan-1-amine has been studied, new heterocyclic acetyl, propyl, benzoic, 4-chloro- and 2,4-dichlorobenzoic thioanhydrides of carbamothioic acid have been synthesized.

The stimulating effect of the studied thioanhydrides at the concentration of 0.01% on the processes of germination and shoot formation based on the laboratory and field tests has been determined. A total positive effect on the morphometric parameters of seeds (wheat, spruce) and on semi-lignified cuttings of *Spiraea Vanhouttei* has been shown.

Acknowledgements: The work was carried out within the frames of the target financing program of the Committee of Science of the Ministry of Science and High Education of the Republic of Kazakhstan No. BR10965255 “Innovative materials of multifunctional designation on the basis of natural raw materials and man-made waste”.

Conflict of Interest: All authors declare that they have no conflict of interest.

СИНТЕЗ И БИОЛОГИЧЕСКАЯ АКТИВНОСТЬ НОВЫХ МОРФОЛИНСОДЕРЖАЩИХ ТИОАНГИДРИДОВ

И.Н. Ануарбекова¹, Е.С. Сычева¹, Д.Б. Маркина^{1,2}, М.С. Муканова^{1,2}*

Институт химических наук имени А.Б. Бектурова, Алматы, Казахстан

²Казахский Национальный Университет имени Аль-Фараби, Алматы, Казахстан

**E-mail: chem_mukan@mail.ru*

Резюме. *Введение.* Морфолин является перспективным и универсальным шестичленным гетероциклом, востребованным фармакофором с широким спектром биологической и

фармакологической активности. Целью данной работы является синтез биологически активных соединений на основе 3-морфолинпропиламина, установление строения и биологической активности синтезированных соединений. *Результаты и обсуждение.* В результате ацилирования 3-морфолинопропилкарбамодитиоата натрия с хлорангидридами соответствующих кислот синтезированы уксусный, пропионовый, бензойный, 4-хлорбензойный и 2,4-дихлорбензойный 3-морфолинопропилкарбамотиоиевые тиоангидриды. Синтез проводили в среде ацетона при комнатной температуре в течение 2–3 ч. Строение синтезированных соединений установлено на основании данных элементного анализа, ИК спектров, спектроскопии ^1H и ^{13}C ЯМР. *Заключение.* В результате лабораторных и полевых испытаний установлено, что применение морфолинопропилкарбамотиоиевых тиоангидридов способствует повышению побегообразования семян пшеницы и ели. Пропионовый (3-морфолинопропил) карбамотиоиевый тиоангидрид при концентрации 0.01% активирует длину проростков семян пшеницы до 5.1 см и увеличивает всхожесть побегов до 88 %, на семенах ели длина проростков составляет 7.3 см и всхожесть побегов - 87 % по сравнению с контролем (4.4 см, 86% и 4.0 см, 84%), соответственно. Бензойный (3-морфолинопропил) карбамотиоиевый тиоангидрид при концентрации 0.01% показал высокую побегообразующую способность, длина побегов при черенковании спиреи Вангутта составляет в среднем 3.91 см по сравнению с контролем (1.63 см) и с препаратами Корневин (2.58 см) и КН-2 (3.59 см).

Ключевые слова: (3-морфолинопропил) карбамодитиоат натрия, тиоангидриды, ростстимулирующая и побегообразующая активность, семена пшеницы и ели

<i>Ануарбекова Индира Ниязбекқызы</i>	<i>PhD</i>
<i>Сычева Елена Сергеевна</i>	<i>Кандидат химических наук</i>
<i>Маркина Дария Базарбековна</i>	<i>Магистр технических наук</i>
<i>Муканова Меруерт Сисенбековна</i>	<i>Кандидат химических наук</i>

ЖАҢА МОРФОЛИНҚҰРАМДАС ТИОАНГИДРИДТЕРДІҢ СИНТЕЗІ ЖӘНЕ БИОЛОГИЯЛЫҚ БЕЛСЕНДІЛІГІ

И.Н. Әнуарбекова¹, Е.С. Сычева¹, Д.Б. Маркина^{1,2}, М.С. Мұқанова^{1,2}*

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

² Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан

*E-mail: chem_mukan@mail.ru

Түйіндемe. *Кіріспе.* Морфолин – тиімді және әмбебап алты мүшелі гетероцикл, биологиялық және фармакологиялық белсенділіктің кең спектрлігі негізінде сұранысқа ие фармакофор. Жұмыстың мақсаты 3-морфолинпропиламина негізінде биологиялық белсенді қосылыстарды синтездеу, синтезделген қосылыстардың құрылымы мен биологиялық белсенділігін анықтау. *Нәтижелер және оларды талдау.* Натрий 3-морфолинопропилкарбамодитиоатының сәйкес хлорангидридтермен ацилдеу нәтижесінде сірке, пропион, бензойлы, 4-хлорбензойлы және 2,4-дихлорбензойлы 3-морфолинопропилкарбамотио тиоангидридтер синтезделінді. Синтез ацетонды ортада бөлме температурасында 2-3 сағат жүргізілді. Синтезделген қосылыстардың құрылымы элементтік талдау, ИК спектрлері және ^1H және ^{13}C ЯМР спектроскопиясы негізінде анықталды. *Қорытынды.* Зертханалық және далалық сынақтардың нәтижесінде морфолинопропилкарбамотио тиоангидридтерін қолдану бидай мен шырша тұқымдарының өркен түзілуін арттыратыны анықталды. Пропионды (3-морфолинопропил)карбамотио тиоангидрид 0.01% концентрацияда бақылаумен салыстырғанда (тиісінше 4.4 см, 86% және 4.0 см, 84%) бидай тұқымдарының өскіндерінің ұзындығын 5.1 см-ге дейін белсендіреді және өркендердің өнуі 88%-ға дейін арттырады, шырша тұқымдарында өскіндердің ұзындығы 7.3 см және өркендердің өнуі 87% құрады. Бензойлы (3-морфолинопропил)карбамотио тиоангидрид 0.01% концентрацияда жоғары өскінтүзуші қабілетін көрсетті, Вангуттың спирея кесінділерінің өскін ұзындықтары бақылаумен (1.63 см), Корневин (2.58 см) және КН-2 (3.59 см) препараттарымен салыстырғанда орта есеппен 3.91 см құрады.

Түйін сөздер: натрий (3-морфолинопропил)карбамодитиоаты, тиоангидридтер, өсуді ынталандырғыш және өскінтүзгіш белсенділік, бидай және шырша тұқымдары

<i>Әнуарбекова Индира Ниязбекқызы</i>	<i>PhD</i>
<i>Сычева Елена Сергеевна</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Маркина Дария Базарбековна</i>	<i>Техникалық ғылымдар магистрі</i>
<i>Мұқанова Меруерт Сисенбековна</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>

References

- Kumari A., Singh R.K. Morpholine as ubiquitous pharmacophore in medicinal chemistry: Deep insight into the structure-activity relationship (SAR). *Bioorg. Chem.* **2020**, *96*, 103578. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.bioorg.2020.103578>
- Wu Y., Zhang Y., Wang Y., Wei J., Wang W., Duan W., Tian Y., Ren M., Li Z., Wang W., Zhang T., Wu H., Huang X. Bedaquiline and Linezolid improve anti-TB treatment outcome in drug-resistant TB patients with HIV: A systematic review and meta-analysis. *Pharmacol. Res.* **2022**, *182*, 106336. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.phrs.2022.106336>
- Karkhanis A.N., Beveridge T.J.R., Blough B.E., Jones S.R., Ferris M.J. The individual and combined effects of phenmetrazine and mgluR2/3 agonist LY379268 on the motivation to self-administer cocaine. *Drug Alcohol Dependence.* **2016**, *166*, 51-60. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.drugalcdep.2016.06.020>
- Haura E.B., Sommers E., Song L., Chiappori A., Becker A. A Pilot Study of Preoperative Gefitinib for Early-Stage Lung Cancer to Assess Intratumor Drug Concentration and Pathways Mediating Primary Resistance. *J. Thorac. Oncol.* **2010**, *5*, No. 11, 1806-1814. DOI: <https://doi.org/10.1097/JTO.0b013e3181f38f70>
- Arshad F., Khan M.F., Akhtar W., Alam M.M., Nainwal L.M., Kaushik S.K., Akhter M., Parvez S., Hasan S.M., Shaquizzaman M. Revealing quinquennial anticancer journey of morpholine: A SAR based review. *Eur. J. Med. Chem.* **2019**, *167*, 324-356. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ejmech.2019.02.015>
- Kourounakis A.P., Xanthopoulos D., Tzara A. Morpholine as a privileged structure: A review on the medicinal chemistry and pharmacological activity of morpholine containing bioactive molecules. *Med. Res. Rev.* **2019**, 1-44. DOI: <https://doi.org/10.1002/med.21634>
- Meng X., Deng J., Sun Q., Zong B., Zhang Z., Shen B., Kang B., Silva S.R. P., Wang L. High-efficiency planar heterojunction perovskite solar cell produced by using 4-morpholine ethane sulfonic acid sodium salt doped SnO₂. *J. Colloid Interface Sci.* **2022**, *609*, 547-556. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2021.11.051>
- Pan D., Don Y., Lu Y., Xiao G., Chi H., Hu Z. AIE fluorescent probe based on tetraphenylethylene and morpholine-thiourea structures for detection of HClO. *Anal.Chim. Acta.* **2022**, *1235*, 340559. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.aca.2022.340559>
- Zhang X., Zhang Y., Ying J., Zhang B., Wang C., Tian A. A series of POM-based compounds constructed by piperazine and morpholine derivatives: Characterization, selective photocatalytic and electrochemical/fluorescence sensing properties. *J. Solid State Chem.* **2021**, *295*, 121888. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2020.121888>
- Liao Y.-F., Zhou M.-H., Zhang Y., Peng Y.-Y., Jian J.-X., Lu F., Tong Q.-X. Facile synthesis and marked pH-responsive behavior of novel foaming agents based on amide- and ester-linked morpholine fluorosurfactants. *J. Mol. Liq.* **2021**, *337*, 116577. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2021.116577>
- Huang Z., Zhang S., Zhang F., Wang H., Zhou J., Yu X., Liu R., C. Cheng, Liu Z., Guo Z., He G., Ai G., Fu W. Evaluation of a novel morpholine-typed Gemini surfactant as the collector for the reverse flotation separation of halite from carnallite ore. *J. Mol. Liq.* **2020**, *313*, 113506. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2020.113506>
- Leonardi A.K., Medhi R., Zhang A., Düzen N., Finlay J.A., Clarke J.L., Clare A.S., Ober C.K. Investigation of N-Substituted Morpholine Structures in an Amphiphilic PDMS-Based Antifouling and Fouling-Release Coating. *Biomacromol.* **2022**, *23*, No. 6, 2697-2712. <https://doi.org/10.1021/acs.biomac.1c01474>

STUDY OF THE ANALGESIC ACTIVITY OF(S)-1-METHYL-3-(1-(5-PHENYL ISOXAZOLE-3-CARBONYL) PIPERIDINE-2-IL) PYRIDINE-1-IUM IODIDE

G.K. Mukusheva¹, A.R. Zhasymbekova¹, M.R. Aliyeva^{1*},
M. Zh. Kaiyrbayeva¹, A.S. Mazhitov²

¹E.A. Buketov Karagandy University N-PLC, Karaganda, Kazakhstan

²Abay Kazakh National pedagogical university, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: madiko8707@mail.ru

Abstract. *Introduction.* Recently, the attention of specialists to medicines of natural origin has been constantly growing. The interest in the use of such drugs obtained from natural raw materials is justified by high efficiency, a wide range of pharmacological activity, as well as the possibility of using them for a long time without complications and side effects. The share and volume of production of medicinal products is increasing all over the world, through synthetic transformations of substances isolated from wild and cultivated plants. Substances of plant origin are widely used as biologically active additives, agrochemical agents. Research in the field of modern chemistry of plant substances in the Republic and abroad is devoted to a comprehensive and comprehensive study of plant raw materials, including the extraction and designation of the structure and chemical properties of plant components, the study of their biological activity, the development of effective and environmentally safe methods for complex processing of plant raw materials. The attractiveness of alkaloid derivatives to compounds is due to the versatility of their reactivity, as well as the practical use of alkaloid derivatives as medicines. Modification of the molecules of natural compounds by introducing such a substituent is one of the promising directions in the search for new biologically active compounds. Analysis of the results of analgesic activity assessment experiments showed that(s)-1-methyl-3-(1-(5-phenylisoxazole-3-carbonyl) piperidine-2-IL) pyridine-2-IL) pyridine-1-IUM iodide has the ability to reduce the severity of specific nociceptive responses in rats during chemical irritation of the peritoneum. The analgesic activity of the test sample was analyzed on diclofenac sodium.

Key words: Alkaloid, anabazine, synthesis, phenylisoxazole, combined derivatives, pharmacology, biological activity, drug, analgesic activity, chromatography

<i>Mukusheva Gulim Kenesbekovna</i>	<i>Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor. E-mail: mukusheva1977@list.ru</i>
<i>Zhasymbekova Aigerim Rysbekovna</i>	<i>PhD student. E-mail: aigera-93-93@mail.ru</i>
<i>Aliyeva Madina Ramankulovna</i>	<i>Master of Technical Sciences. E-mail: madiko8707@mail.ru</i>
<i>Kaiyrbayeva Marzhangul Zhaksybaevna</i>	<i>Chemist. E-mail: m_kaiyrbaeva@mail.ru</i>
<i>Mazhitov Alisher Sabyrovich</i>	<i>Master student of Educational program. E-mail: amajitov@mail.ru</i>

Citation: G.K. Mukusheva, A.R. Zhasymbekova, M.R. Aliyeva, M.Zh. Kaiyrbayeva, A.S. Mazhitov. Study of the analgesic activity of (s)-1-methyl-3-(1-(5-phenyl isoxazole-3-carbonyl) piperidine-2-il) pyridine-1-ium iodide. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 3(83), 90-97. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.30>

(S)-1-МЕТИЛ-3-(1-(5-ФЕНИЛИЗОКСАЗОЛ-3-КАРБОНИЛ) ПИПЕРИДИН-2-ИЛ) ПИРИДИН-1-ИУМ ЙОДИДІНІҢ АНАЛЬГЕТИКАЛЫҚ БЕЛСЕНДІЛІГІН ЗЕРТТЕУ**Г.К. Мукушева¹, А.Р. Жасымбекова¹, М.Р. Алиева^{1*}, М.Ж. Кайырбаева¹, А.С. Мажитов²**¹*«Академик Е.А. Бөкетов атындағы Қарағанды Университеті» КЕАҚ, Қарағанды, Қазақстан*²*Абай атындағы Қазақ ұлттық педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан*^{*}*E-mail: madiko8707@mail.ru*

Түйіндемe. *Кіріспе.* Соңғы уақытта ғылыми мамандардың табиғи дәрілік препараттарға назары үнемі өсіп келеді. Табиғи шикізаттан алынған мұндай препараттарды қолдануға қызығушылық жоғары тиімділікпен, фармакологиялық белсенділіктің кең спектрімен, сондай-ақ оларды ұзақ уақыт бойы асқинуларсыз және жанама әсерлерсіз пайдалану мүмкіндігімен негізделеді. Бүкіл әлемде жабайы және мәдени өсімдіктерден бөлініп алынған заттарды синтетикалық түрлендіру арқылы дәрілік препараттар өндірісінің үлесі мен көлемі артып келеді. Өсімдік тектес заттар биологиялық белсенді қоспалар, агрохимиялық заттар ретінде кеңінен қолданылады. Республикада және шетелде өсімдік заттарының қазіргі заманғы химиясы саласындағы зерттеулер өсімдік материалдарын жан-жақты және кешенді зерттеуге, оның ішінде өсімдік компоненттерінің құрылымы мен химиялық қасиеттерін оқшаулау мен анықтауға, олардың биологиялық белсенділігін зерттеуге арналған. Өсімдік шикізатын кешенді өңдеудің тиімді және экологиялық таза әдістерін әзірлеу. Алкалоид туындыларының қосылыстарға тартымдылығы олардың реактивтілігінің жан-жақтылығымен, сонымен қатар алкалоид туындыларының дәрілік заттар ретінде практикалық қолданылуымен түсіндіріледі. Жоғары потенциалды белсенділікті ескере отырып, әлемде асимметриялық синтез үшін жаңа хиральды катализаторларды құру стратегиясын әзірлеу кезінде қол жетімді және перспективалы бастапқы қосылыс болып табылатын алкалоид туындылары арасында әртүрлі мақсаттарға арналған жаңа препараттарды іздеуге бағытталған көптеген зерттеулер жүргізілуде. Осындай орынбасушыны енгізу арқылы табиғи қосылыстардың молекулаларын модификациялау жаңа биологиялық белсенді қосылыстарды іздеудегі перспективті бағыттардың бірі болып табылады. Бұл зерттеуде жаңа синтезделіп алынған (S)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодидінің анальгетикалық белсенділігі талданды. Анальгетикалық белсенділікті бағалау бойынша эксперименттердің нәтижелерін талдау үлгінің егеуқұйрықтардағы перитонейді химиялық ынталандыру арқылы ерекше ноцицептивтік реакциялардың ауырлығын төмендету мүмкіндігі бар екенін көрсетті. Сірке қышқылының 1% ерітіндісін құрсақ ішіне енгізген кезде тәжірибелік жануарлардың барлығында «сіркелік бұралулар» (жануарларға тән қозғалыстар, оның ішінде іш бұлшықеттерінің жиырылуы, олардың босануымен кезектесіп) дамығаны атап өтілді. Зерттелетін үлгінің анальгетикалық белсенділігі диклофенак натрий бойынша талданды.

Түйінді сөздер. Алкалоид, анабазин, синтез, фенилизоксазол, біріктірілген туындылар, фармакология, биологиялық белсенділік, дәрі-дәрмек, анальгетикалық белсенділік, хроматография

<i>Мукушева Гулим Кенесбековна</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор</i>
<i>Жасымбекова Айгерім Рысбековна</i>	<i>PhD докторант</i>
<i>Алиева Мадина Раманқұловна</i>	<i>Техникалық ғылымдар магистрі</i>
<i>Кайырбаева Маржангуль Жаксыбаевна</i>	<i>Химик</i>
<i>Мажитов Әлішер Сабырович</i>	<i>Магистрант</i>

1. Кіріспе

Жаңа тиімділігі жоғары және зиянсыз дәрілік заттарды іздестіру және зерттеу бүгінгі таңда бүкіл әлемде өзекті мәселе болып табылады. Қазақстандағы тәжірибелік медицина мен денсаулық сақтаудың жағдайы отандық фармацевтикалық өндірістің төмен дамуымен шиеленісіп отыр. Өкінішке орай, барлық дәрі-дәрмектің 90-95% шетелден келеді [1].

Отандық дәрі-дәрмек өндірісін ұйымдастыру үшін Қазақстанда шикізаттың жеткілікті синтетикалық және табиғи ресурсы бар. Осыған байланысты отандық шикізаттың белсенді компоненттерін кешенді зерттеуге бағытталған зерттеулер олардың негізінде тәжірибелік медицина қажеттіліктері үшін жаңа тиімділігі жоғары дәрілік заттарды жасау үшін үлкен өзектілікке ие [2].

Әртүрлі функционалды фрагменттерді бір молекулаға біріктіретін қосылыстардың синтезі олардың биологиялық белсенділікке өзара әсерін зерттеу тұрғысынан қызығушылық тудырады және бағытталған химиялық модификацияның жаңа мүмкіндіктерін ашады.

Қазіргі кезде табиғи қосылыстардың синтетикалық түрленуі фармацевтика ғылымының жетекші бағыттарының біріне айналды. Бұл тіршілік әрекетінің күрделі биохимиялық процестерінің нәтижесінде синтезделген заттардың ерекше құрылымы мен биологиялық қасиеттеріне байланысты. Алкалоидтар - өсімдік тектес алғашқы қосылыстардың бірі, олардың негізінде дәрілік препараттарды жасау үшін фармакологтардың назарын аударды [3].

Синтетикалық трансформацияға перспективті алкалоидтардың қатарына жоғары физиологиялық белсенділігі бар анабазин жатады.

Анабазин - *Anabasis aphylla* өсімдіктерінің негізгі алкалоиды. Молекуласында ароматты электрон тығыздығы делокализациясы бар екіншілік амин тобы бар пиридин және пиперидин фрагменттері бар анабазин конформациялық лабильділікпен сипатталады.

Бұл қасиеттер анабазинге құрылымдарды модификациялауда маңызды синтетикалық мүмкіндіктер береді. Сондай-ақ құрылымында пиридин мен пиперидиннің өзегі бар анабазинге деген қызығушылық олардың қатарында биологиялық белсенді заттардың болуына байланысты. Фармакологиялық қасиеттері бойынша анабазин алкалоидтары ганглиозды уларға жатады және типтік Н-холиномиметик болып табылады. Бірқатар зерттеушілердің еңбектері [4] көрсеткен анабазиннің пиперидин сақинасының азотындағы сутегі алкил немесе ацил радикалдарымен ауыстырылғанда уыттылықтың төмендеуі және қызықты биологиялық қасиеттердің пайда болуы байқалады. Адам ағзасына бірегей физиологиялық әсері болған жағдайда алкалоидтар бір мезгілде жанама, улы әсерге ие. Осыған байланысты зерттеушілер негізгі физиологиялық әсерін сақтайтын және қажетсіз жанама әсерлерден айырылатын туындыларды алу үшін бұл заттарды химиялық түрлендіру жолына назар аударды [5].

Бұл жұмыстың мақсаты - алкалоидтардың жаңа өнімінің құрылымын бөліп алу, анықтау және аналгетикалық белсенділігін зерттеу.

2. Тәжірибелік бөлім

Қосылыстардың ^1H және ^{13}C ЯМР спектрлері CDCl_3 -те Bruker AV-400 спектрометрінде (400 және 100 МГц) таланды. Ажыратымдылығы жоғары масс-спектрлер DFS ThermoScientific масс-спектрометрінде зерттелді (буландырғыш температурасы 200–250°C, электронды әсер ету ионизациясы, 70 эВ). Mettler Toledo FP 900 терможүйесінде балку температурасы анықталды [6].

Реакциялардың барысын бақылау хлороформ–этанол 5:1 жүйесін қолдана отырып, Sorbfil пластинасында жұқа қабатты хроматография әдісімен жүзеге асырылды және йод камерасында көрсетілді. Реакция өнімдері алюминий оксиді қатысымен бағаналы хроматография әдісі арқылы бөлініп алынды [7].

(S)-1-Метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил)пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодиді (S)-(2-Пиридин-3-илпиперидин-1-ил) (5-фенилизоксазол-3-ил) метанонның метилиодидпен реакциялары арқылы алынды. (S)-1-Метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодидін алынуы: 0.02 моль үшінші реттік амин қоспасы, 0,5% этанолдан айырылу үшін алдын ала 1 тәулік бойы CaCl_2 қатысында кептірілген 30 мл құрғақ дихлорометан және 3 мл құрғақ йодометанда 5 күн қараңғы жерде ұсталды, содан кейін тағы 1 күн қайнатылды [8].

Еріткіштерді бөліп алғаннан және вакуумдағаннан кейін сандық шығымы бар дайын мақсатты өнім алынды. Шығымы 95%, қайнау температурасы 64–65°C [9].

ИК спектрі (KBr), ν , cm^{-1} : 3030, 2926, 2855, 1633 (C=O), 1589, 1571, 1500, 1472, 1445, 1391, 1254, 1220, 1160, 1129, 1070, 1020, 982, 945, 900, 830, 810, 767, 687, 672. УФ спектр (MeOH, $c = 7 \cdot 10^{-5}$ моль/л), λ_{max} , нм (ϵ): 222 (28000), 267 (25000).

ЯМР спектрі ^1H (500 МГц, CDCl_3), δ , м.д.: 1.49–1.75 м (4H, 2CH_2), 1.77–1.83 м, 1.93–2.11 м (2H, CH_2); 2.52–2.72 м (1H, NCH_2); 3.15–3.25 м, 4.19–4.24 м (1H, NCH_2); 4.65 с (3H, NMe); 5.84–6.01 м (1H, CH); 6.84 с, 6.94 с ($\text{CH}_{\text{изокс}}$); 7.33–7.41 м ($3\text{H}_{\text{аром}}$); 7.62–7.76 м ($2\text{H}_{\text{аром}}$); 8.07 т ($1\text{H}_{\text{пир}}$, J 6.9 Гц); 8.27–8.46 м ($1\text{H}_{\text{пир}}$); 9.03–9.20 м ($2\text{H}_{\text{пир}}$).

ЯМР спектрі ^{13}C (125 МГц, CDCl_3), δ , м.д.: 19.63 (CH_2); 25.07, 25.40 (CH_2); 27.39, 28.32 (CH_2); 39.43, 44.64 (NCH_2); 50.25 (NMe); 51.10 (CH); 100.99 ($\text{CH}_{\text{изокс}}$); 126.16 ($2\text{CH}_{\text{аром}}$); 128.54 ($1\text{CH}_{\text{аром}}$); 129.31 ($2\text{CH}_{\text{аром}}$); 130.96 ($1\text{CH}_{\text{пир}}$); 144.01 ($1\text{CH}_{\text{пир}}$); 144.27 ($1\text{CH}_{\text{пир}}$); 144.37 ($1\text{CH}_{\text{пир}}$); 126.64; 141.57; 158.81; 161.92; 170.85 ($5\text{C}_{\text{четв.}}$).

Элементті талдау: %: C 53.44; H 4.81; I 26.55; N 8.74. $\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{IN}_3\text{O}_2$. %: C 53.06; H 4.67; I 26.70; N 8.84. M 475.33 есептелінді.

Масс-спектр, m/z (I_{rel} , %): 348.20 [$M-I$] $^+$ (100).

(S)-1-Метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил)

пиридин-1-иум йодидінің анальгетикалық қасиеттері ақ тұқымсыз тышқандарға химиялық тітіркену сынағы («сірке суы» сынағы) зерттелген.

Сірке қышқылының 0.75% ерітіндісі жануардың 10 г салмағына 0.1 мл мөлшерінде ішкі құрлысына енгізілді. Сірке қышқылын енгізуден 30 минут бұрын зерттелетін зат 50 мг/кг дозада асқазан ішіне енгізілді. Тітіркендіргіш енгізілгеннен кейін бірден 30 минут бойы бұралуды санады.

Салыстыру препараты 25 мг/кг дозада сыналған «Диклофенак натрийі» болып табылады. Үлгінің анальгетикалық әсері бақылау тобындағы жануарлардағы тиісті көрсеткіштермен салыстырғанда 10, 15, 20 және 30 минут ішінде есептелген «бұралудың» санын азайту қабілетімен анықталды.

3. Зерттеу нәтижелері мен талқылануы

Бұл жұмыста анальгетикалық белсенділікті зерттеу (S)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодиді (1) химиялық тітіркендіргішке (0,9% сірке қышқылының ерітіндісі) байланысты ауырсыну реакциясының моделіне бір рет энтеральды енгізу арқылы (S)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодиді (1) 25 мг/кг дозада сенімді анальгетикалық белсенділікке ие екенін көрсетті. Сонымен қатар (S)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодидінің ауыруды басатын анальгетикалық әсері диклофенак натрийге қарағанда жоғары. Нәтижелерді статистикалық өңдеу «Statistica 8.0» бағдарламалық пакетін пайдалана отырып жүргізілді. Алынған нәтижелер «орташа ± орташа мәнің стандартты қателік» түрінде берілген. Топаралық айырмашылықтар параметрлік емес Mann-Whitney U-тестімен бағаланды. $P < 0.05$ мәнінің қол жеткізілген деңгейіндегі айырмашылықтар сенімді деп саналды. (S)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодидінің анальгетикалық белсенділігін зерттеу нәтижелері 1-кестеде көрсетілген.

Кесте 1 - (S)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодиді үлгісінің анальгетикалық белсенділігін зерттеу нәтижелері

Заттың атауы, мөлшері		Бақылаудағы көрсеткіштерден айырмашылығы, «сірке суынан бұралуы» санын азаюы			
		10 минут	15 минут	20 минут	30 минут
Бақылау	-	32.4±9.9	64.5±10.6	95.1±12.0	106.2±11.2
Диклофенак натрия	25 мг/кг	15.8±4.0	36.5±9.4*	42.8±9.3	56.9±10.7
(S)-1-Метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодиді	25 мг/кг	9.7±4.6*	16.2±8.5*	26.3±10.1*	40.3±16.5

*Ескерту: * - $p < 0.05$ бақылаумен салыстырғанда*

4. Қорытынды.

Зерттелген үлгінің анальгетикалық белсенділігі диклофенак натрий бойынша бағаланды. Кесте деректерінен (s)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодиді стандартты диклофенак натрийден өзінің көрсеткіштері бойынша 25 мг/кг дозада асып түскені көрініп тұр. 25 мг/кг мөлшері (S)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодид «сірке суынан бұралуы» кезінде диклофенак натрийі 20 минутта 1.6 есе салыстырмалы препаратынан асып түсетін айқын анальгетикалық белсенділікті көрсетеді.

Зерттелетін үлгі 25 мг/кг мөлшерінде, ал салыстыру препараты 25 мг мөлшерінде сыналды. Зерттеу нәтижелері бойынша (s)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодидінің анальгетикалық белсенділігі бар екенін көрсетті.

Қаржыландыру: Зерттеу жұмысы Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігі Ғылым комитетінің гранттық қаржыландыру бойынша №AP19674667 жобасымен қаржыландырылды.

ИЗУЧЕНИЕ АНАЛЬГЕТИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ (S)-1-МЕТИЛ-3-(1-(5-ФЕНИЛИЗОКСАЗОЛ-3-КАРБОНИЛ) ПИПЕРИДИН-2 ИЛ) ПИРИДИН-1-ИУМ ЙОДИДА

Г.К. Мукушева¹, А.Р. Жасымбекова¹, М.Р. Алиева^{1*}, М.Ж. Кайырбаева¹, А.С. Мажитов²

¹ Карагандинский университет имени академика Е.А. Букетова, Караганда, Казахстан

² Казахский национальный педагогический университет имени Абая, Алматы, Казахстан

*E-mail: madiko8707@mail.ru

Резюме. Введение. В последнее время постоянно растет внимание специалистов к лекарственным препаратам природного происхождения. Интерес к применению таких препаратов, полученных из природного сырья обосновывается высокой эффективностью, широким спектром фармакологической активности, а также возможностью использования их в течение продолжительного времени без возникновения осложнений и побочных эффектов. Во всем мире увеличивается удельный вес и объем производства лекарственных препаратов, путем синтетических трансформаций веществ, выделяемых из дикорастущих и культивируемых растений. Вещества растительного происхождения находят широкое применение в качестве биологически активных добавок, агрохимических средств. Исследования в области современной химии растительных веществ в республике и за рубежом посвящены многоплановому и комплексному изучению растительного сырья, включающему выделение и установление строения и химических свойств компонентов растений, исследование их биологической активности, разработку эффективных и экологически безопасных способов комплексной переработки растительного сырья. Привлекательность к соединениям производных алкалоидов обусловлена многогранностью их реакционной способности, а также практическим использованием производных алкалоидов в качестве лекарственных средств. Учитывая высокую потенциальную активность, в мире ведутся многочисленные исследования, направленные на поиск новых лекарственных средств различного назначения среди производных алкалоидов, также является доступным и перспективным исходным соединением при разработке стратегии создания новых хиральных катализаторов асимметрического синтеза. Модификация молекул природных соединений путем введения такого заместителя является одним из перспективных направлений в поиске новых биологически активных соединений. Анализ результатов экспериментов по оценке анальгетической активности показал, что образец обладает способностью уменьшать выраженность специфических ноцицептивных ответов у крыс при химическом раздражении брюшины. Отмечено, что при внутривнутрибрюшинном введении 1% раствора уксусной кислоты у всех

подопытных животных возникали «уксусные корчи» (характерные движения животных, включающие сокращение брюшинных мышц, чередующиеся с их расслаблением, вытягиванием задних конечностей и прогибанием спины).

Ключевые слова: Алкалоид, анабазин, синтез, фенилизоксазол, комбинированные производные, фармакология, биологическая активность, препарат, анальгетическая активность, хроматография

<i>Мукушева Гулим Кенесбековна</i>	<i>Кандидат химических наук, ассоциированный профессор</i>
<i>Жасымбекова Айгерим Рысбековна</i>	<i>PhD докторант</i>
<i>Алиева Мадина Раманкуловна</i>	<i>Магистр технических наук</i>
<i>Кайырбаева Маржангуль Жаксыбаевна</i>	<i>Химик</i>
<i>Мажитов Алишер Сабырович</i>	<i>Магистрант</i>

References

1. Prakash B. Kujur A., Yadav A. Drug synthesis from natural products: a historical overview and future perspective// In: Synthesis of Medicinal Agents from Plant. Tewari A., Tiwari S. (ed.). ElsevierLtd., **2018**, Pp. 25–46. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102071-5.00002-7>.
2. Thomford N. E., Senthebane D. A., Rowe A., Munro D., Seele P., Maroyi A., Dzobo K. // Natural Products for Drug Discovery in the 21st Century: Innovations for Novel Drug Discovery. Int. J. Mol. Sci., **2018**, vol. 19, no. 6, p. 1578. <https://doi.org/10.3390/ijms19061578>
3. Heinrich M., Mah J., Amirkia V. //Alkaloids Used as Medicines: Structural Phytochemistry Meets Biodiversity—An Update and Forward Look Molecules, **2021**, vol. 26, № 7, p. 1836. <https://doi/10.3390/molecules26071836>
4. Ng Y.P., Or T.C. T., Ip N.Y. Plant alkaloids as drug leads for Alzheimer's disease//Neurochemistry International, **2015**, vol. 89, pp. 260–270. <https://doi/10.1016/j.neuint.2015.07.018>
5. Rouden J., Lasne M.-C., Blanchet J., Baudoux J. //Cytisine and Derivatives: Synthesis, Reactivity, and Applications. Chemical Reviews, **2013**, vol. 114, № 1, pp. 712–778. <https://doi/10.1021/cr400307e>
6. Makara N. S., Gabdrakhmanova S. F., Sapozhnikova T. A., Khisamutdinova R. Y., Koval'skaya A. V., Tsypysheva I. P., Zarudii F. S. //New Cytisine Derivatives with Nootropic Activity. Pharmaceutical Chemistry Journal, **2015**, vol. 49, no. 5, pp. 301–303. <https://doi:10.1007/s11094-015-1283-z>
7. Tasso B., CanuBoido C., Terranova E., Gotti C., Riganti L., Clementi F., Artali R., Bombieri G., Meneghetti F., Sparatore F. Synthesis, Binding, and Modeling Studies of New Cytisine Derivatives, as Ligands for Neuronal Nicotinic Acetylcholine Receptor Subtypes //Journal of Medicinal Chemistry, **2009**, vol. 52, no. 14, pp. 4345–4357. <https://doi:10.1021/jm900225j>
8. Marrière E., Rouden J., Tadino V., Lasne M.-C. Synthesis of Analogues of (–)-Cytisine for in Vivo Studies of Nicotinic Receptors Using Positron Emission Tomography// Organic Letters, **2000**, vol. 2, no. 8, pp. 1121–1124. <https://doi:10.1021/ol005685m>
9. Taly A., Corringer P.-J., Guedin D., Lestage P., Changeux, J.-P. Nicotinic receptors: allosteric transitions and therapeutic targets in the nervous system// Nature Reviews Drug Discovery, **2009**, vol. 8, no. 9, pp. 733–750. <https://doi:10.1038/nrd2927>
10. Molyneux R. J., Panter K. E. Alkaloids Toxic to Livestock// In: The Alkaloids: Chemistry and Biology. Cordell G. A. (ed.). Amsterdam, Boston, Heidelberg, London, New York, Oxford, Paris, San Diego, San Francisco, Sydney, Tokyo, Academic Press, **2009**, pp. 143–216. [https://doi.org/10.1016/s1099-4831\(09\)06703-0](https://doi.org/10.1016/s1099-4831(09)06703-0)

-
11. Kamarul Zaman M.A., Azzeme A.M. Plant toxins: alkaloids and their toxicities// GSC Biological and Pharmaceutical Sciences, **2019**, vol. 06, no. 2, pp. 21–29. <https://doi:10.30574/gscbps.2019.6.2.0003>
 12. Golobokova T.V., Prokhodakov A.G., Kizhnyaev V.N. Selective synthesis of functionally substituted 1,2,3-triazoles. *organic. chemistry.***2020**. pp. 442-450. <https://doi:10.31857/S0514749220030143>
 13. Oleg. I. Artyushin,Aleksandra A. Moiseeva,Vladimir V. Zarubaev,Aleksander V. Slita,Anastasiya V. Galochkina,Anna A. Muryleva,Sophia S. Borisevich,Olga I. Y. Synthesis of Camphene and Cytisine Conjugates Using Click Chemistry Methodology and Study of Their Antiviral Activity//Chemistry Biodiversity **2019**, <https://doi.org/10.1002/cbdv.201900340>

INFLUENCE OF CHEMICAL MODIFICATION ON THE COMPOSITION AND PROPERTIES OF ORGANOMINERAL COMPOSITE MATERIALS

U.Zh. Dzhusipbekov¹, G.O. Nurgalieva^{1*}, Z.K. Bayakhmetova¹, Hamdi Temel²

¹JSC A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences, Almaty, Kazakhstan

²Dicle University, Turkey

*E-mail: N_gulzipa@mail.ru

Abstract. *Introduction.* The structure characteristic and polyfunctionality of humic substances makes it possible to obtain new products by chemical modification. *The aim of this work* is to study the regularities of sodium humate modification processes with phosphogypsum and phosphogypsum with polyacrylamide (PAA) mixture, to establish the composition and properties of obtained organomineral composite materials. *Methods.* Chemical analysis, infrared spectroscopy, differential thermal analysis and scanning electron microscopy. *Results and discussion.* The possibility of obtaining new types of products by modifying sodium humate with phosphogypsum and its mixture with PAA is shown. The dependence of the composition and properties of obtained organomineral composite materials on the modifier nature has been revealed. The chemical modification has been shown to increase the content of COOH groups to 0.24 mg-eq/g, phenolic OH groups to 1.83 mg-eq/g, total pores to 0.44 cm³/g, static exchange capacity to 27.25 mg-eq/g, P₂O₅ to 1.34%, nitrogen up to 1.71% and the humic acid yield - up to 42.83%. The reaction between sodium humate and phosphogypsum proceeds leads to an increase in the content of total, digestible and water-soluble forms of P₂O₅. *Conclusion.* It has been established that the use of phosphogypsum for humic substances modification contributes to the phosphorus production waste processing. Organo-mineral materials obtained by modifying sodium humate acquire growth-stimulating, fertilizing, reclamation, water-retaining, and sorption properties. The complexity and multi-component composition of synthesized compositions is determined by DTA, IR, SEM methods. It has been shown that when sodium humate is modified with phosphogypsum, ion exchange reactions and complex formation occur.

Key words: sodium humate, phosphogypsum, polyacrylamide, chemical modification, organomineral composite materials, carboxyl and phenolic group, ion exchange, complexation

**Dzhussipbekov Umirzak
Zhumasilovich**

Doctor of Technical Sciences, Professor. E-mail: jussipbekov@mail.ru,
ORCID: 0000-0002-2354-9878

**Nurgalieva Gulzipa
Oryntaevna**

Doctor of Chemical Sciences. E-mail: N_gulzipa@mail.ru, ORCID:
0000-0003-2659-3361

**Bayakhmetova Zamira
Kenesbekovna**

Candidate of Chemical Sciences. E-mail: zamirabkz@mail.ru, ORCID:
0000-0001-7261-2215

Hamdi Temel

Doctor of Chemical Sciences, Professor, Dean of the Faculty of
Pharmaceutical Chemistry at Dicle University (Turkey), Director of the
Higher School of Natural and Applied Sciences, Head of the Research
Center "Science and Technology, Applications".

Citation: Dzhusipbekov U.Zh., Nurgalieva G.O., Bayakhmetova Z.K., Hamdi Temel. Influence of chemical modification on the composition and properties of organomineral composite materials. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 3(83), 98-107. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.31>

ВЛИЯНИЕ ХИМИЧЕСКОЙ МОДИФИКАЦИИ НА СОСТАВ И СВОЙСТВА ОРГАНОМИНЕРАЛЬНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

У.Ж. Джусипбеков¹, Г.О. Нурғалиева^{1*}, З.К. Баяхметова¹, Хамди Темел²

¹АО Институт химических наук имени А.Б.Бектурова, Алматы, Казахстан

²Университет Диджле, Турция

*E-mail: N_gulzipa@mail.ru

Резюме. *Введение.* Особенность строения и наличие обширного набора функциональных групп в сочетании с ароматическими фрагментами определяет широкий спектр химической активности гуминовых веществ, а направленная химическая модификация позволяет получать новые продукты на их основе с ценными свойствами. *Цель данной работы* изучение закономерностей процессов модификации гумата натрия фосфогипсом и смесью фосфогипса с полиакриламидом (ПАА), установление состава и свойств полученных органоминеральных композиционных материалов. *Методы.* Применяли методы химического анализа, инфракрасную спектроскопию, дифференциальный термический анализ и растворовую электронную микроскопию. *Результаты и обсуждение.* В данной работе показана возможность получения новых видов продуктов, обладающих высокой активностью химической модификацией гумата натрия фосфогипсом и его смесью с ПАА. Выявлена зависимость состава и свойств полученных органоминеральных композиционных материалов от природы модификатора. Установлено, что химическая модификация способствует увеличению содержания СООН-групп до 0.24 мг-экв/г, фенольных ОН-групп - до 1.83 мг-экв/г, суммарного объема пор - до 0.44 см³/г, статической обменной емкости - до 27.25 мг-экв/г, общего Р₂О₅ - до 1.34%, общего азота - до 1.71% и выхода гуминовых кислот - до 42.83%. Показано, что реакция между гуматом натрия и фосфогипсом протекает без ретроградации Р₂О₅, это приводит к росту содержания общего, усвояемых и воднорастворимых форм Р₂О₅. *Заключение.* Установлено, что использование фосфогипса для модификации гуминовых веществ способствует переработке отхода фосфорного производства – фосфогипса. Полученные в результате модификации гумата натрия фосфогипсом и его смесью с ПАА органоминеральные материалы приобретают ростостимулирующие, удобрительные, мелиоративные, влагоудерживающие, сорбционные и другие свойства. Методами ДТА, ИКС, РЭМ и функциональным анализом установлена сложность и многокомпонентность состава синтезированных органоминеральных композиционных материалов. Данные ИК-спектроскопии и функционального анализа показали, что при модификации гумата натрия фосфогипсом протекают реакции ионного обмена и комплексообразования.

Ключевые слова: гумат натрия, фосфогипс, полиакриламид, химическая модификация, органоминеральные композиционные материалы, карбоксильная и фенольная группа, ионный обмен, комплексообразование

<i>Джусипбеков Умирзак Жумасилович</i>	<i>доктор технических наук, профессор</i>
<i>Нурғалиева Гулзипа Орынтаевна</i>	<i>доктор химических наук</i>
<i>Баяхметова Замира Кенесбековна</i>	<i>кандидат химических наук</i>
<i>Хамди Темел</i>	<i>д.х.н., профессор, декан факультета фармацевтической химии в Университете Диджле (Турция), директор Высшей школы естественных и прикладных наук, руководитель научно-исследовательского центра «Наука и техника, применения».</i>

1. Введение

Гуминовые вещества (ГВ) из-за особенностей состава и структуры, полифункциональности участвуют в различных реакциях [1-3]. Высокая химическая активность ГВ позволяет путем модификации изменить их состав и синтезировать продукты с заданными свойствами. Установлено, что механохимическая модификация гуминовых кислот (ГК) повышает

поверхностную активность ГК [4]. Авторами [5, 6] показано, что модификация ГК с H_2O_2 способствует увеличению содержания карбоксильных и карбонильных групп. Выявлена возможность использования модифицированного 3-аминопропилтриэтоксисиланом ГВ для восстановления деградированных почв [7], магнетитом ГК в качестве сорбента [8-11]. В работе [12] показано повышение биологической активности модифицированных н-бутанолом ГК. Модификация ГК по типу фенолформальдегидной конденсации с различными прекурсорами приводит к росту сорбционной емкости ГК к неорганическим и органическим токсикантам [13].

Из анализа научно-технической литературы следует, что химическая модификация ГВ позволяет получить препараты, превосходящие свойства исходных ГК. Однако подавляющее число работ по модификации ГВ включают сложный органический синтез. В связи с этим, возникает необходимость в разработке новых методов модификации ГВ.

В связи с вышеизложенным, целью данной работы является изучение закономерностей процессов модификации гумата натрия фосфогипсом и смесью фосфогипса с ПАА, установление состава и свойств полученных органоминеральных композиционных материалов.

2. Экспериментальная часть

Для выполнения экспериментов использовали гумат натрия, выделенный из бурого угля Ой-Карагайского месторождения (Алматинская обл.) следующего состава, мас. %: выход свободных гуминовых кислот (HA^{daf}) – 43.06; зольность (A^a) – 28.80; влажность (W^a) – 11.93. В качестве модификаторов применяли фосфогипс с содержанием в мас. %: CaO – 27.08; $P_2O_{5общ}$ – 1.37; $P_2O_{5вод}$ – 0.30; MgO – 0.19; SO_3 – 39.43; Fe – 0.30; $F_{общ}$ – 0.50; As – 0.0017; Pb – 0.00025; Zn – 0.0005; н.о. – 12.73 и полиакриламид.

В термостатируемый стакан при соотношении «фосфогипс-гумат натрия» = 1:5 и «фосфогипс-гумат натрия-полиакриламид» = 1:5:0.2 помещали навеску фосфогипса либо смесь фосфогипса и ПАА, туда же добавляли раствор гумата натрия, затем полученную суспензию интенсивно перемешивали в течение 60 мин при температуре 40-60 °С. Далее пульпу высушивали до постоянного веса при 75-80 °С, в синтезированных образцах химическим анализом определяли содержания кислых групп, суммарный объем пор, статическую обменную емкость (СОЕ), содержания HA^{daf} , различных форм P_2O_5 и $N_{общ}$. [14-18].

ИК-спектры образцов снимали на ИК-Фурье-спектрометре модели «Thermo Electron» (фирма Nicolet 5700, США) в диапазоне длин волн 4000-400 cm^{-1} в таблетках с KBr. Отнесение полос поглощения в ИК-спектрах проводили в соответствии с литературными данными [19,20]. Термогравиметрические измерения проводили на дериватографе Q-1000/D системы F.Paulik, J.Paulik и L.Erdey (фирма MOM, Венгрия). Съемку осуществляли в воздушной среде, в диапазоне температур от 20 до 1000 °С, режим нагрева – линейный ($dT/dt = 10$ град/мин), эталонное вещество –

прокаленный Al_2O_3 , навеска образца – 300 мг [21]. Микроструктуру полученных образцов исследовали на электронно-зондовом микроанализаторе JXA-8230 (фирма JEOL, Япония) при ускоряющем напряжении 25 кВ и токе электронного пучка до 100 нА.

3. Результаты и их обсуждение

Комплексом химических и физико-химических методов исследованы состав и свойства органоминеральных композиционных материалов, полученных при модификации гумата натрия фосфогипсом и смесью фосфогипса с ПАА.

Фосфогипс является крупнотоннажным отходом при производстве экстракционной фосфорной кислоты и фосфорных удобрений из фосфатного сырья. Основным компонентом фосфогипса является $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ (не менее 80%), в составе фосфогипса также содержатся Al_2O_3 , Fe_2O_3 , соединения цинка, ванадия и др. металлов [22]. Известно, что ГВ с ионами s-элементов образуют ионные, а p- и d-элементов также комплексные соединения [8, 13, 23]. Поэтому можно предположить, что при модификации гумата натрия фосфогипсом, смесью его с ПАА карбоксильные, фенольные и др. функциональные группы ГВ связываются с ионами Ca, Mg, Fe, Zn, Pb и др. элементов, содержащихся в фосфогипсе, с образованием ионных и комплексных солей. Изменение содержания COOH-групп от 0.20 до 0.24 мг-экв/г, фенольных OH от 1.79 до 1.83 мг-экв/г (таблица 1) показывает, что модификация влияет на реакционную способность, активность и физико-химические свойства полученных образцов.

Таблица 1 – Характеристика образцов органоминеральных композиционных материалов

Вид модификатора	Содержание кислотных групп, мг-экв/г		Суммарный объем пор, cm^3/g	СОЕ, мг-экв/г
	COOH	ОН _{фен.}		
Фосфогипс	0.20	1.79	0.24	24.38
Смесь фосфогипса и ПАА	0.24	1.83	0.44	27.25

Полимерные гидрогели, в том числе ПАА являются суперабсорбентами, которые также способны поглощать и накапливать огромное количество воды [24]. Как видно из таблицы 1, при модификации гумата натрия суммарный объем пор и СОЕ образцов достигает 0.44 cm^3/g и 27.25 мг-экв/г соответственно. Следовательно, модификация ГВ смесью фосфогипса и ПАА способствует повышению сорбционных характеристик полученных образцов, а также придают им влагоудерживающие свойства.

Установлено, что модификация гумата натрия фосфогипсом, его смесью с ПАА (таблица 2) приводит к росту содержания всех форм P_2O_5 (до 1.34%), $N_{общ.}$ (до 1.71%) и HA^{daf} (до 42.83%). Так как, в результате протекания комплексообразующих, анионо- и катионообменивающих

процессов между активными функциональными группами ГВ и фосфогипса ионы кальция, магния, железа и др. переходят в органическую форму и происходит высвобождение фосфора из фосфогипса, что приводит к повышению его подвижности и эффективности (коэффициенты усвояемых форм P_2O_5 достигают 97.01 отн. %).

Таблица 2 – Характеристика модифицированных образцов

Вид модификатора	Содержание P_2O_5 , мас.%			$N_{\text{общ.}}$, мас.%	HA^{daf} , мас.%
	общ.	усв.	водн.		
Фосфогипс	1.32	1.27	0.71	1.44	42.34
Смесь фосфогипса и ПАА	1.34	1.30	0.73	1.71	42.83

Из анализа полученных данных следует, что использование для модификации ГВ фосфогипса и его смеси с ПАА способствует переработке фосфогипса и получению новых продуктов с ростостимулирующими, удобрительными, мелиоративными, влагоудерживающими, сорбционными и др. свойствами.

Данные ИКС показывают, что происходит химическое взаимодействие между ГВ и модификаторами. Так, на ИК-спектрах исследуемых образцов в области 1650-1630 и 1500-1410 см^{-1} наблюдается уширения и смещения полосы поглощения из-за наложения ν колебаний $C=C$, COO^- -ионов и OH -фенолов гумата с ν и δ колебаниями NH_2 -групп ПАА, а также колебаниями фосфогипса, а при 1210-1200 и 1140-1130 см^{-1} – δ колебаний спиртов и фосфат-ионов [19, 20]. Полосы ν колебания OH -групп при 3580-3450, 2990-2980 см^{-1} характерны для ГВ и фосфогипса, а также δ и ν колебаниям связи $N-H$ в аминогруппах. Полосы в области 850-470 см^{-1} соответствуют колебаниям связи $Me-O$ в комплексах, фосфат-ионам и ПАА. Наложение указанных полос поглощения приводит к их смещению и слиянию.

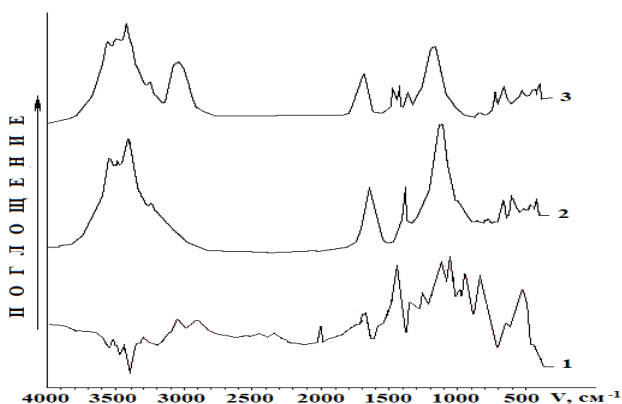


Рисунок 1– ИК-спектры гумата натрия (1), модифицированных фосфогипсом (2), смесью фосфогипса и ПАА (3) образцов

Установлено, что эндотермический эффект на термограммах (рисунок 2) в интервале температур 80-210°C связан с протеканием дегидратационных процессов [21]. Экзотермические эффекты в интервале температур 380-810 °C вызваны расщеплением макромолекулы гуматов, частичным окислением алифатических структур, разрушением ароматического ядра и разложением минеральной части.

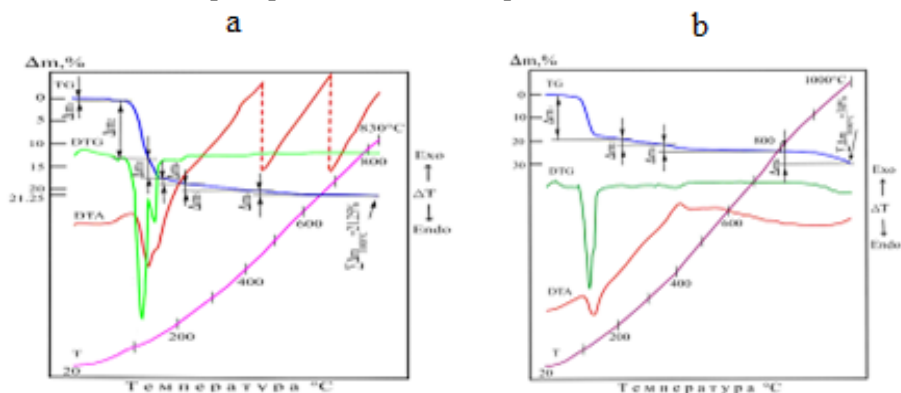


Рисунок 2 – Термограммы модифицированных фосфогипсом (а), смесью фосфогипса и ПАА (б) образцов

Методом РЭМ установлено, что модификации гумата натрия фосфогипсом и его смесью с ПАА приводит к изменению его структуры (рисунок 3).

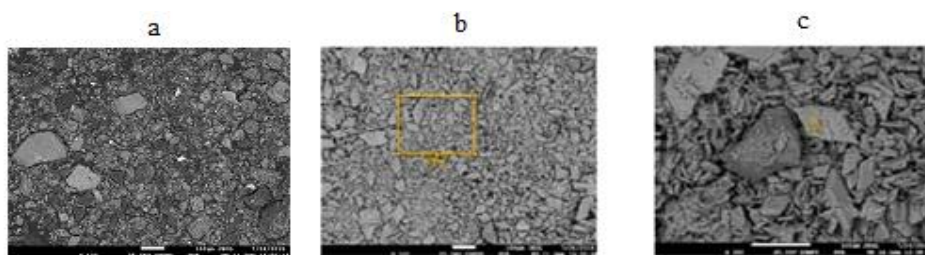


Рисунок 3 – Микрофотографии гумата натрия (а), модифицированных фосфогипсом (б), смесью фосфогипса и ПАА (с) образцов

4. Заключение

Комплексом химических и физико-химических методов исследований (ИКС, РЭМ, ДТА) показана возможность получения новых видов продуктов с заданным составом и регулируемыми свойствами путем химической модификации ГВ фосфогипсом и его смесью с ПАА. При этом использование фосфогипса для модификации ГВ способствует переработке отхода фосфорного производства. На основании проведенных исследований установлено, что при взаимодействии гумата натрия фосфогипсом, его

смесью с ПАА образуются ионные и комплексные соединения. Анализ полученных результатов показывает сложность и многокомпонентность состава синтезированных образцов органоминеральных композиционных материалов. Выявлено, что при модификации гумата натрия фосфогипсом получаемые продукты обогащаются фосфором и др. макро- и микроэлементами. Модификация гумата смесью фосфогипса и ПАА придает им ростостимулирующие, удобрительные, мелиоративные, влагоудерживающие и сорбционные свойства.

Финансирование: Работа выполнена по программе целевого финансирования научных исследований на 2023–2024 гг., осуществляемого Комитетом науки МНВО РК, по программе BR18574042.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов между авторами, требующего раскрытия в данной статье.

ОРГАНОМИНЕРАЛДЫ КОМПОЗИЦИЯЛЫҚ МАТЕРИАЛДАРДЫҢ ҚҰРАМЫ ЖӘНЕ ҚАСИЕТТЕРІНЕ ХИМИЯЛЫҚ ТҮРЛЕНДІРУДІҢ ӘСЕРІ

Ө.Ж. Жүсіпбеков¹, Г.О. Нұрғалиева^{1*}, З.К. Баяхметова¹, Хамди Темел²

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

²Дикле университеті, Түркия

*E-mail: N_gulzipa@mail.ru

Түйіндеме. *Kipicne.* Құрылымының ерекшелігі және ароматикалық фрагменттермен тіркескен функционалдық топтардың кең жиынтығы гуминді заттардың химиялық белсенділігінің кең ауқымдылығын айқындайды, ал бағытталған химиялық түрлендіру олардың негізінде құнды қасиеттері бар жаңа өнімдерді алуға мүмкіндік береді. *Жұмыстың мақсаты* натрий гуматының фосфогипспен, фосфогипс және полиакриламид (ПАА) қоспасымен түрлендіру үдерістерінің заңдылықтарын зерттеу, алынған органоминералды композициялық материалдардың құрамы мен қасиеттерін анықтау. *Әдістер.* Химиялық талдау, инфрақызыл спектроскопия, дифференциалды термиялық талдау және растрлі электронды микроскопия. *Нәтижелер мен талқылау.* Жұмыста натрий гуматын фосфогипспен, фосфогипс және ПАА қоспасымен химиялық түрлендіру арқылы әсер ету спектрі кең өнімдердің жаңа түрлерін алу мүмкіндігі көрсетілді. Алынған органоминералды композициялық материалдардың құрамы мен қасиеттерінің түрлендіргіштің табиғатына байланыстылығы анықталды. Химиялық түрлендіру СООН топтарының мөлшері 0.24 мг-экв/г, фенолды ОН топтарының – 1.83 мг-экв/г, қуыстың жалпы көлемінің – 0.44 см³/г, статикалық алмасу сыйымдылығының - 27.25 мкв/г, жалпы Р₂О₅ - 1.34%, жалпы азоттың – 1.71% және гумин қышқылдарының шығымының 42.83% дейін жоғарылауына ықпал ететіні анықталды. Натрий гуматы мен фосфогипстің арасындағы реакция Р₂О₅-тің ретроградациясысыз жүретіндігі анықталды, бұл Р₂О₅-тің жалпы, сіңірімді және суда еритін түрлерінің мөлшерінің артуына ықпал етеді. *Қорытынды.* Гуминді заттарды түрлендіру үшін фосфогипсті қолдану фосфор өндірісінің қалдық өнімі фосфогипсті қайта өңдеуге ықпал етеді. Натрий гуматын фосфогипспен және оның ПАА қоспасымен түрлендіру нәтижесінде алынған органоминералды материалдар өсуді тездеткіштік, тыңайтқыштық, мелиоративтік, ылғал сақтағыштық, сорбциялық және басқа қасиеттерге ие болады. ДТА, ИҚС, РЭМ және функционалдық талдау әдістерімен органоминералды композициялық материалдардың құрамының күрделілігі мен көпкомпоненттілігі айқындалды. Натрий гуматын фосфогипспен түрлендіргенде ион алмасу және комплекс түзілу реакциялары жүретіні анықталды. ИҚ-спектроскопия және функционалдық талдау нәтижелері натрий гуматын фосфогипспен түрлендіргенде ион алмасу және комплекс түзілу реакциялары жүретінін көрсетті.

Түйінді сөздер: натрий гуматы, фосфогипс, полиакриламид, химиялық түрлендіру, органоминералды композициялық материалдар, карбоксил және фенол топтары, ион алмасу, кешен түзу

Жүсіпбеков Өмірзақ Жұмасылұлы	техника ғылымдарының докторы, профессор
Нұрғалиева Гүлзипа Орынтайқызы	химия ғылымдарының докторы
Баяхметова Замира Кеңесбекқызы	химия ғылымдарының кандидаты
Хамди Темел	химия ғылымдарының докторы, профессор, Дикле университетінің фармацевтикалық химия факультетінің деканы (Түркия), Жаратылыстану және қолданбалы ғылымдар жоғары мектебінің директоры, «Ғылым және технология, қолданбалар» ғылыми-зерттеу орталығының жетекшісі.

Список литературы

1. Klavins M., Grandovska S., Obuka V., Ievinsh G. Comparative Study of Biostimulant Properties of Industrially and Experimentally Produced Humic Substances. *Agronomy*, **2021**, No.11(6), 1250–1263. <https://doi.org/10.3390/agronomy11061250>
2. Qin S., Xu C., Xu Y., Bai Y., Guo F. Molecular Signatures of Humic Acids from Different Sources as Revealed by Ultrahigh Resolution Mass Spectrometry. *J. Chem*, **2020**, **2020**, 1-11. <https://doi.org/10.1155/2020/7171582>
3. Melo B.A.G., Motta F.L., Santana M.H.A. Humic acids: Structural properties and multiple functionalities for novel technological developments. *Mater. Sci. Eng.*, **2016**, **62**, 967–974. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.12.001>
4. Линкевича Е.В., Юдина Н.В., Савельева А.В. Формирование гуминовых коллоидов в зависимости от Рн среды водных растворов. *ЖФХ*, **2020**, Т.94, №4, 568–573. DOI: [HTTPS://DOI.ORG/10.31857/S0044453720040093](https://DOI.ORG/10.31857/S0044453720040093)
5. Zhou L, Yuan L, Zhao B, Li Y, Lin Z. Structural characteristics of humic acids derived from Chinese weathered coal under different oxidizing conditions. *PLoS ONE*, **2019**, No.14(5), 1–15. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0217469>
6. Жеребцов С.И., Малышенко Н.В., Вотолин К.С., Шпакодраев К.М., Исмагилов З.Р. Биологическая активность нативных и модифицированных гуминовых кислот. Химия тв. топлива, **2020**, № 4, 3-7. DOI: <https://doi.org/10.31857/S002311772004009X>
7. Kulikova N.A., Volikov A.B., Filippova O.I., Kholodov V.A., Yaroslavtseva N.V., Farkhodov Y.R., Yudina A.V., Roznyatovsky V.A., Grishin Y.K., Zhilkibayev O.T., Perminova I.V. Modified humic substances as soil conditioners: laboratory and field trials. *Agronomy*, **2021**, No.11 (1), 150–168. <https://doi.org/10.3390/agronomy11010150>
8. BASUKI R., RUSDIARSO B., SANTOSA S.J., SISWANTA D. MAGNETITE-FUNCTIONALIZED HORSE DUNG HUMIC ACID (HDHA) FOR THE UPTAKE OF TOXIC LEAD(II) FROM ARTIFICIAL WASTEWATER. *ADSORPT. SCI. TECHNOL.*, **2021**, 2021, P. 1-15. [HTTPS://DOI.ORG/10.1155/2021/5523513](https://DOI.ORG/10.1155/2021/5523513)
9. Rahmayanti M., Yunita E., Putri N.F.Y. Study of Adsorption-Desorption on Batik Industrial Dyes (Naphthol Blue Black) on Magnetite Modified Humic Acid (HA-Fe₃O₄). *J. Kimia Sains dan Aplikasi*, **2020**, 23, No.7, 244-248. <https://doi.org/10.14710/jksa.23.7.244-248>
10. Rahmayanti M., Santosa S.J., Sutarno S. Modified Humic Acid from Peat Soils with Magnetite (Ha-Fe₃O₄) by Using Sonochemical Technology for Gold Recovery. *J. Bahan Alam Terbarukan*, **2020**, No.9 (2), 81–87. DOI: <https://doi.org/10.15294/jbat.v9i2.26131>
11. Rusdiarso B., Basuki R. Stability Improvement of Humic Acid as Sorbent through Magnetite and Chitin Modification. *J. Kimia Sains dan Aplikasi*, **2020**, 23, No.5, 152-159. <https://doi.org/10.14710/jksa.23.5.152-159>
12. Жеребцов С.И., Вотолин К.С., Малышенко Н.В., Исмагилов З.Р. Получение гуминовых кислот с заданным структурно-групповым составом из бурых углей. Химия в интересах устойчивого развития. **2020**, Т.28, №6, 544-549. <http://doi.org/10.26730/1999-4125-2018-5-52-60>
13. Дмитриева Е.Д. Закономерности связывания и детоксикации гуминовыми кислотами неорганических и органических экотоксикантов: автореф. дис. докт. химич. наук. Иваново, **2022**, 32 с. <https://www.dissercat.com/content/zakonemernosti-svyazyvaniya-i-detoksikatsii-guminovymi-kislotami-neorganicheskikh-i-organich/read>

14. Орлов Д.С., Гришина Л.А. *Практикум по химии гумуса*. Москва, МГУ, **1981**, 271 с. https://www.studmed.ru/orlov-d-s-grishina-l-a-praktikum-po-himii-gumusa_8caa68f7d7c.html
15. ГОСТ 17219-71: *Угли активные. Метод определения суммарного объема пор по воде*. Москва, Госстандарт СССР: Изд-во стандартов, **1988**, 4 с. <https://internet-law.ru/gosts/gost/42483/>
16. ГОСТ 20255.1-89. *Иониты. Методы определения обменной емкости*. Москва, ИПК Изд-во стандартов, **2002**, 5 с. <https://gostrf.com/normadata/1/4294833/4294833087.pdf>
17. ГОСТ 9517-1994. *Топливо твердое. Методы определения выхода гуминовых кислот*. Минск, Изд-во стандартов, **1996**, 8 с. <https://ohranatruda.ru/upload/iblock/ad0/4294820847.pdf>
18. Кельман Ф.Н., Бруцкус Е.Б., Ошерович Р.Х. *Методы анализа при контроле производства серной кислоты и фосфорных удобрений*. Москва, Наука, **1963**, 360 с. https://www.studmed.ru/kelman-f-n-bruckus-e-b-osherovich-r-h-metody-analiza-pri-kontrolе-proizvodstva-sernoy-kisloty-i-fosfornyh-udobreniy_6d1ed0c3e71.html
19. Тарасевич Б.Н. *ИК-спектры основных классов органических соединений*. Москва, МГУ, **2012**, 55 с. http://www.chem.msu.ru/rus/teaching/tarasevich/Tarasevich_IR_tables_29-02-2012.pdf
20. Накамото К. *ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений*: Пер. с англ. Москва, Мир, **1991**, 536 с. <http://www.ncm.unn.ru/files/2021/01/Nakamoto-ИК-спектры-и-спектры-КР-нерганических-и-координационных-соединений.pdf>
21. Фекличев В.Г. *Диагностические константы минералов*. Москва, Недра, **1989**, 479 с. <https://www.geokniga.org/bookfiles/geokniga-diagnosticheskie-konstanty-mineralov-spravochnik.pdf>
22. Недбаев И.С., Цыркунова, Н.В., Елсукова Е.Ю. Обзор российского и мирового опыта решения экологических проблем производства, хранения, переработки и использования фосфогипса. *Вестн. Евразийской науки*, **2022**, т.14, №4, 1-17. <https://esj.today/pdf/10onzvn422.pdf>
23. Radaelli M., Scalabrin E., Toscano G., Capodaglio G. High Performance Size Exclusion Chromatography-Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry to Study the Copper and Cadmium Complexation with Humic Acids. *Molecules*, **2019**, No.24(17), 3201-3213. <https://doi.org/10.3390/molecules24173201>
24. Маслова Н.В., Кочетова Ж.Ю., Суханов П.Т., Змеев А.В. Исследование кинетики набухания гидрогелей на основе сополимеров акриламида и акрилата калия (натрия). *Изв. вузов. Химия и хим. технол.*, **2022**, Т.65, Вып.3, 27-34. <https://doi.org/10.6060/ivkkt.20226503.6498>

References

1. Klavins M., Grandovska S., Obuka V., Ievinsh G. Comparative Study of Biostimulant Properties of Industrially and Experimentally Produced Humic Substances. *Agronomy*, **2021**, No.11(6), 1250–1263. <https://doi.org/10.3390/agronomy11061250>
2. Qin S., Xu C., Xu Y., Bai Y., Guo F. Molecular Signatures of Humic Acids from Different Sources as Revealed by Ultrahigh Resolution Mass Spectrometry. *J. Chem.*, **2020**, 2020, 1-11. <https://doi.org/10.1155/2020/7171582>
3. Melo B.A.G., Motta F.L., Santana M.H.A. Humic acids: Structural properties and multiple functionalities for novel technological developments. *Mater. Sci. Eng.*, **2016**, 62, 967–974. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.12.001>
4. Linkevicha E.V., Judina N.V., Savel'eva A.V. Formirovanie guminovykh kolloidov v zavisimosti ot rN sredei vodnykh rastvorov. *ZhFH*, **2020**, Т.94, №4, 568–573. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.31857/S0044453720040093>
5. Zhou L, Yuan L, Zhao B, Li Y, Lin Z. Structural characteristics of humic acids derived from Chinese weathered coal under different oxidizing conditions. *PLoS ONE*, **2019**, No.14(5), 1–15. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0217469>
6. Zherebcov S.I, Malysenko N.V., Votolin K.S., Shpakodraev K.M., Ismagilov Z.R. Biologicheskaja aktivnost' nativnykh i modifitsirovannykh guminovykh kislot. *Himija tv. topliva*, **2020**, № 4, 3-7. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.31857/S002311772004009X>
7. Kulikova N.A., Volikov A.B., Filippova O.I., Kholodov V.A., Yaroslavtseva N.V., Farkhodov Y.R., Yudina A.V., Roznyatovskiy V.A., Grishin Y.K., Zhilkibayev O.T., Perminova I.V. Modified humic substances as soil conditioners: laboratory and field trials. *Agronomy*, **2021**, No.11 (1), 150–168. <https://doi.org/10.3390/agronomy11010150>
8. Basuki R., Rusdianto B., Santosa S.J., Siswanta D. Magnetite-Functionalized Horse Dung Humic Acid (HDHA) for the Uptake of Toxic Lead(II) from Artificial Wastewater. *Adsorpt. Sci. Technol.*, **2021**, 2021, R. 1-15. <https://doi.org/10.1155/2021/5523513>

9. Rahmayanti M., Yunita E., Putri N.F.Y. Study of Adsorption-Desorption on Batik Industrial Dyes (Naphthol Blue Black) on Magnetite Modified Humic Acid (HA-Fe₃O₄). *J. Kimia Sains dan Aplikasi*, **2020**, 23, No.7, 244-248. <https://doi.org/10.14710/jksa.23.7.244-248>
10. Rahmayanti M., Santosa S.J., Sutarno S. Modified Humic Acid from Peat Soils with Magnetite (Ha-Fe₃O₄) by Using Sonochemical Technology for Gold Recovery. *J. Bahan Alam Terbarukan*, **2020**, No.9 (2), 81–87. DOI: <https://doi.org/10.15294/jbat.v9i2.26131>
11. Rusdiarso B., Basuki R. Stability Improvement of Humic Acid as Sorbent through Magnetite and Chitin Modification. *J. Kimia Sains dan Aplikasi*, **2020**, 23, No.5, 152-159. <https://doi.org/10.14710/jksa.23.5.152-159>
12. Zhrebcev S.I., Votolin K.S., Malysenko N.V., Ismagilov Z.R. Poluchenie guminovykh kislot s zadannym strukturno-gruppovym sostavom iz buryh uglej. *Himija v interesah ustojchivogo razvitiya*, **2020**, T.28, №6, 544-549. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.26730/1999-4125-2018-5-52-60>
13. Dmitrieva E.D. *Zakonomernosti svyazyvaniya i detoksikatsii guminovymi kislotami neorganicheskikh i organicheskikh jekotoksikantov*: avtoref. dis. dokt. himich. nauk. Ivanovo, **2022**, 32 s. (In Russ.). <https://www.dissercat.com/content/zakonomernosti-svyazyvaniya-i-detoksikatsii-guminovymi-kislotami-neorganicheskikh-i-organich/read>
14. Orlov D.S., Grishina L.A. *Praktikum po himii gumusa*. Moskva, MGU, **1981**, 271 s. (In Russ.). https://www.studmed.ru/orlov-d-s-grishina-l-a-praktikum-po-himii-gumusa_8caa68f7d7c.html
15. GOST 17219-71. *Ugli aktivnye. Metod opredeleniya summarnogo ob"ema por po vode*. Moskva, Gosstandart SSSR: Izd-vo standartov, **1988**, 4 s. (In Russ.). <https://internet-law.ru/gosts/gost/42483/>
16. GOST 20255.1-89. *Ionity. Metody opredeleniya obmennoj emkosti*. Moskva, IPK Izd-vo standartov, **2002**, 5 s. (In Russ.). <https://gostrf.com/normadata/1/4294833/4294833087.pdf>
17. GOST 9517-94. *Toplivo iverdoe. Metody opredeleniya vyhoda guminovykh kislot*. Minsk, Izd-vo standartov, **1996**, 8 s. (In Russ.). <https://ohranatruda.ru/upload/iblock/ad0/4294820847.pdf>
18. Kel'man F.N., Bruckus E.B., Osheroich R.H. *Metody analiza pri kontrole proizvodstva sernoj kisloty i fosfornyh udobrenij*. Moskva, Nauka, **1963**, 360 s. (In Russ.). https://www.studmed.ru/kelman-f-n-bruckus-e-b-osherovich-r-h-metody-analiza-pri-kontrol-e-proizvodstva-sernoy-kisloty-i-fosfornyh-udobreniy_6d1ed0c3e71.html
19. Tarasevich B.N. *IK-spektry osnovnykh klassov organicheskikh soedinenij*. Moskva, MGU, **2012**, 55 s. (In Russ.). http://www.chem.msu.ru/rus/teaching/tarasevich/Tarasevich_IR_tables_29-02-2012.pdf
20. Nakamoto K. *IK-spektry i spektry KR neorganicheskikh i koordinatsionnykh soedinenij*: Per. s angl. Moskva, Mir, **1991**, 536 s. (In Russ.). <http://www.ncm.unn.ru/files/2021/01/Nakamoto-IK-spektry-i-spektry-KR-nerganicheskikh-i-koordinatsionnykh-soedinenij.pdf>
21. Feklichev V.G. *Diagnosticheskie konstanty mineralov*. Moskva, Nedra, **1989**, 479 s. (In Russ.). <https://www.geokniga.org/bookfiles/geokniga-diagnosticheskie-konstanty-mineralov-spravochnik.pdf>
22. Nedbaev I.S., Cyvkunova, N.V., Elsukova E.Ju. *Obzor rossijskogo i mirovogo opyta reshenija jekologicheskikh problem proizvodstva, hranenija, pererabotki i ispol'zovanija fosfogipsa. Vestn. evrazijskoj nauki*, **2022**, T.14, №4, 1-17. (In Russ.). <https://esj.today/PDF/10NZVN422.pdf>
23. Radaelli M., Scalabrin E., Toscano G., Capodaglio G. High Performance Size Exclusion Chromatography-Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry to Study the Copper and Cadmium Complexation with Humic Acids. *Molecules*, **2019**, No.24(17), 3201-3213. <https://doi.org/10.3390/molecules24173201>
24. Maslova N.V., Kochetova Zh.Ju., Suhanov P.T., Zmeev A.V. Issledovanie kinetiki nabuhaniya gidrogelej na osnovе sopolimerov akrilamida i akrilata kalija (natrija). *Izv. vuzov. Himija i him. tehnol.*, **2022**, T.65, Vyp.3, 27-34. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.6060/ivkkt.20226503.6498>

SYNTHESIS OF A DOUBLE COMPOUND BASED ON DIMETHYLOL UREA AND PHYTOCOMPOUND OF MOLYBDENUM AND THE STUDY OF ITS INFLUENCE ON THE POPULATION OF SOME SOIL MICROORGANISMS AND ACCUMULATION OF NITROGEN

E.N. Ramazonova^{1*}, S. Usmanov¹, N.N. Yeserkeeva¹, Zholmaganbetova M. A.²,
O.V. Myachina³ R.U. Mahmudov⁴, H.S. Usmanov⁴

¹JSC "A.B.Bekturov Institute of Chemical Sciences", Almaty, Kazakhstan

²Kazakh National Women's Pedagogical University, Almaty, Kazakhstan

³Institute of General and Inorganic Chemistry, Academy of Sciences, Tashkent, Uzbekistan,

⁴LLP NPO Ana Zher, Almaty, Kazakhstan.

*E-mail: elzira82@mail.ru

Abstract. *Introduction.* Drillers used for agricultural crops, in particular cotton seeds, cannot provide additional nitrogen feeding in the required volume during a shortage of nitrogen fertilizers. This article sets the task of creating a new active substance based on the phyto compound dimethylolurea and molybdenum, which allows you to reduce cotton diseases in cotton cultivation, increase the accumulation of light hydrolyzed nitrogen in the soil and obtain a high cotton yield. *The purpose.* Study of chemical interactions in a three-component aqueous-salt system of dimethylolurea-molybdenum phyto-compound-water by isothermal method. *Objects.* DMM, FSMo, double compound DMM is the active reactant of FSMo. *Results.* The isothermal method at a temperature of 25°C found that in the concentration range of solutions of 12.2-9.8% DMM and 2.8-5.4% FSMo, DMM crystallizes in the system, at a concentration range of 5.7-2.1% DMM and 12.3-15.5% FSMo, FSMo crystallizes, and in the concentration range of 8.2-6.4% DMM and 6.2-9.3% FSMo, the compound DMM•FSMo is separated from the solution into this phase. *Conclusion.* The chemical interaction in the water-salt system dimethylol urea (DMM) - molybdenum phytocompound (FSMo) - water was studied by isothermal methods of chemical analysis. The region of crystallization of a new double compound, an active substance based on DMM and FSMo, was established at a molar ratio of 4DMM•FSMo. On model soil samples, it was determined that the active substance - the double compound 4DMM•FSMo against the background of ammonium nitrate, in comparison with ammonium nitrate, increases the number of nitrogen-fixing bacteria by 3.0 and 3.2 times.

Key words: dimethylolurea, molybdenum phyto compound, easily hydrolyzable nitrogen, active substance, isothermal method, crystallization, double compound, system

Ramazonova Elzira Nuradilovna

Researcher, e-mail: elzira82@mail.ru

Usmanov Sultan

Doctor of Engineering, Professor.

E-mail: usmanov_su@mail.ru

Yeserkeyeva Nazgul Nurkasymovna

Junior researcher, e-mail: nazka_0791@mail.ru

Zholmaganbetova Marzhan Amanbaevna

PhD doctoral student.

E-mail: marzhan.zholmaganbetova.75@mail.ru

Citation: E.N. Ramazonova, S. Usmanov, N.N. Yeserkeeva, O.V. Myachina, R.U. Mahmudov, H.S. Usmanov. Synthesis of a double compound based on dimethylol urea and phytocompound of molybdenum and the study of its influence on the population of some soil microorganisms and accumulation of nitrogen. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 3(83), 108-117. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.32>

<i>Myachina Olga Vladimirovna</i>	<i>Senior Researcher, doctor of Biological Sciences. E-mail: myachina.ov@gmail.com</i>
<i>Mahmudov Ravshan Umarovich</i>	<i>Senior researcher. E-mail: ravshan.m@mail.ru</i>
<i>Usmanov Hazrat Sultanovich</i>	<i>Senior researcher, candidate of technical sciences. E-mail: h.usmanov.s@mail.ru</i>

ДИМЕТИЛОЛМОЧЕВИНА МЕН МОЛИБДЕННИҢ ФИТОКОСЫЛЫСЫ НЕГІЗІНДЕ ҚОС ҚОСЫЛЫСТЫҢ СИНТЕЗІ ЖӘНЕ ОНЫҢ КЕЙБІР ТОПЫРАҚ МИКРООРГАНИЗМДЕРІНІҢ КӨПТІГІНЕ ЖӘНЕ АЗОТТЫҢ ЖИНАЛУЫНА ӘСЕРІН ЗЕРТТЕУ

*Э.Н.Рамазанова^{*1}, С. Ұсманов¹, Н.Н.Есеркеева¹, М. А. Жолмаганбетова²,
О.В.Мячина³, Р.У.Махмұдов⁴, Х. С.Ұсманов⁴*

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

²Қазақ Ұлттық Қыздар Педагогикалық Университеті, Алматы, Қазақстан

³«Жалпы және бейорганикалық химия институты» ӨзРФА, Ташкент, Өзбекстан

⁴«Ана Жер» ҒӨБ ЖШС, Алматы, Қазақстан

*E-mail: elzira82@mail.ru

Түйіндеме. *Kipisce.* Ауыл шаруашылығы дақылдарына, атап айтқанда мақта тұқымдарына пайдаланылатын дәрілегіштер азот тыңайтқыштарының тапшылығы кезінде қажетті көлемде қосымша азотпен қоректендіре алмайды. Бұл мақалада мақта өсіруде мақта ауруларын төмендетуге, топырақта жеңіл гидролизденетін азоттың жиналуын көбейтуге және мақтадан жоғары өнім алуға мүмкіндік беретін диметилломочевина мен молибден фитокосылысы негізінде жаңа белсенді зат құру міндеті қойылған. *Мақсаты.* Диметилломочевина-молибденнің фитокосылысы-су үш компонентті сулы-тұзды жүйесіндегі химиялық өзара әрекеттесуін изотермиялық әдіспен зерттеу. *Нысандар.* ДММ, МоФҚ, қос қосылыс ДММ-МоФҚ белсенді әрекеттесуші зат. *Нәтижелер.* 25°C температурада изотермиялық әдіс 12.2-9.8% ДММ және 2.8-5.4% МоФҚ ерітінділерінің концентрация диапазонында ДММ жүйеде, 5.7-2.1% ДММ және 12.3-концентрация диапазонында кристалданатынын анықтады. 15.5% МоФҚ кристалданады және 8.2 - 6.4% ДММ және 6.2-9.3% МоФҚ концентрация диапазонында ДММ•МоФҚ қосылысы ерітіндіден осы фазаға бөлінеді. *Қорытынды.* Жаңа қос қосылыстың, ДММ және МоФҚ негізіндегі белсенді заттың кристалдану аймағы 4ДММ•МоФҚ молярлық қатынасында белгіленді. 4:1 мольдік қатынаста диметилломочевина және молибденнің фитокосылысы негізінде әрекеттесуші заттың – жаңа қос қосылыстың кристалдану аймағы изотермиялық әдіспен анықталды. Модельдік топырақ үлгілерінде белсенді зат – аммоний селитрасының фонындағы қос қосылыс 4ДММ•МоФҚ, аммоний селитрасымен салыстырғанда, азотты бекітетін бактериялардың санын 3.0 және 3.2 есеге арттыратыны анықталды. 4ДММ•МоФҚ қос қосылысы топырақта жеңіл гидролизденетін азоттың алғашқы 20 күнде 46.6-47.2 мг/кг топыраққа дейін, 40-шы күні – 50.9-51.5 мг/кг және 60 күнде – 54.7-55.4 мг/кг жинақталуына ықпал ететіні көрсетілді. Бұл зерттеулер азотты бекітетін бактериялар санының көбеюінің нәтижелерімен жақсы сәйкес келеді.

Түйін сөздер: диметилломочевина, молибденнің фитокосылысы, изотермиялық әдіс, жеңіл гидролизденетін азот, әрекеттесуші зат, кристалдану, қос қосылыс, жүйе

<i>Рамазанова Эльзира Нурадильовна</i>	<i>ғылыми қызметкер</i>
<i>Усманов Султан</i>	<i>техника ғылымдарының докторы, профессор</i>
<i>Есеркеева Назгул Нуркасымовна</i>	<i>ғылыми қызметкер</i>
<i>Жолмаганбетова Маржан Аманбаевна</i>	<i>PhD докторант</i>
<i>Мячина Ольга Владимировна</i>	<i>аға ғылыми қызметкер, биология ғылымдарының докторы</i>
<i>Махмудов Рашиан Умарович</i>	<i>аға ғылыми қызметкер</i>
<i>Усманов Хазрат Султанович</i>	<i>аға ғылыми қызметкер, техника ғылымдарының кандидаты</i>

1. Кіріспе

Өткен ғасырда мақта дақылдарындағы тамыр шірігі және гоммоз ауруларына бүгінгі күннің талабына сай келмейтін тұқым өңдегіштер қолданылған [1-4].

Өзбекстан Республикасында мақта тұқымын дәрілеуші «П-4» [5], ал Қазақстанда белсенді ингредиент моно-, диметилломочевина болып табылатын 20% сулы суспензия «Сункар-3» [6] жасалған. Бұл дәрілеуші заттар аз улы қосылыстар болып табылады.

«Сұңқар-3» мақта тұқымын өңдейтін құралдың топырақ құнарлылығына және жоғары биологиялық тиімділігіне оң әсерін тигізе отырып, ол өсімдікті қосымша қоректік азотпен қамтамасыз етпейді және тиісінше шитті мақтаның жоғары өнімін береді.

Біз мақта өсімдіктерінің ауруларын бір мезгілде азайтуға, топырақта жеңіл гидролизденетін азоттың жинақталуын арттыруға және шитті мақтаның жоғары өнімін алуға мүмкіндік беретін көп функционалды әрекеті бар белсенді зат жасау міндетін қойдық.

2. Тәжірбиелік бөлім

Зерттеу нысандары-диметилломочевина (ДММ) және молибденнің фитокосылысы (МоФҚ).

Зерттеу міндетіне жету үшін физика-химиялық талдау әдістері таңдалды – изотермиялық; микробиологиялық – микроорганизмдердің жеке топтарын анықтау және топырақтағы жеңіл гидролизденетін азотты талдау.

Изотермиялық талдау әдісі тұрақты температурада тепе-теңдік пайда болғанға дейін сұйық және қатты фазалардың байланысына негізделген, ол [7] сипатталған әдіс негізінде жүзеге асырылады.

Микробиологиялық зерттеулерді жүргізу әдістемесі мыналардан тұрады: өсімдік қалдықтары бар мақта себуге арналған топырақты қолданыңыз: азот-21.3 мг/кг топырақ және фосфор пентоксиді – 17.4 мг/кг топырақ, қарашірік – 1.18%. Топырақ үлгілері аммоний селитрасын, ДММ•МоФҚ қос қосылысының 10 және 20% ерітінділерін топыраққа енгізу арқылы дайындалады, 16.5% су массаға дейін ылғалдандырылады, топырақ араласады және 20-25 °С температурада 30 күн сақталады. Әр 3 күн сайын топырақта 16.5-16.8% масса ылғалды ұстап тұру үшін ылғалдандыру жүргізіледі. Топырақтың микробиологиялық зерттеулері 30 күннен кейін жүргізіледі.

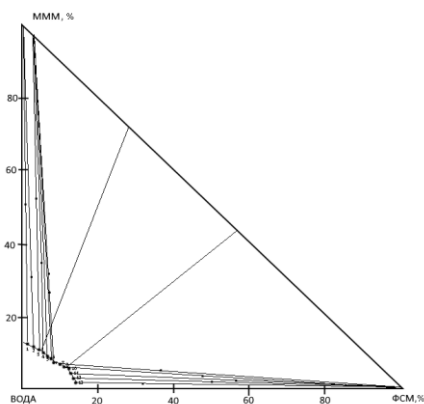
Микробиологиялық зерттеу әдісі сұйылту әдісімен микроорганизмдердің жеке физиологиялық топтарын сандық есепке алудан тұрады, содан кейін оларды әртүрлі қоректік элективті орталарға егуден тұрады [8, 9].

Жеңіл гидролизденетін азот И.В.Тюрин және М.М.Кононова әдісімен анықталады [10].

Бұл жұмыста қолданылатын ғылыми зерттеулер әдіснамасының жаңашылдығы оның күрделілігінде және зерттеудің микробиологиялық, агрохимиялық әдістерімен расталатын алынған нәтижелердің толық көлемде және сенімділігінде орындалуын қамтамасыз ететін физика-химиялық зерттеу әдістерін дұрыс таңдауда жатыр.

3. Нәтижелер және талқылау

ДММ–МоФҚ–су үштік жүйесі физика-химиялық талдаудың изотермиялық әдісімен зерттелген. Жүйеде фазалық тепе-теңдік 8,5 сағаттан кейін үздіксіз араластыру және термостаттау кезінде орнатылды. Алынған мәліметтер Скрейнемакерс бойынша қатты фазалардың құрамын анықтау және 25°C кезінде ерігіштік диаграммаларын құру үшін пайдаланылды. ДММ–МоФҚ–су жүйесінің ерігіштігі туралы деректер 1 - суретте келтірілген, оның ішінде зерттелген жүйеде жаңа қосылыстың пайда болуы – ДММ•МоФҚ.



Сурет 1 – ДММ–МоФҚ–су жүйесінің ерігіштігінің изотермиялық диаграммасы

Ерігіштік деректерінен (1-кесте) 12.2 – 9.8% ДММ және 2.8 – 5.4% МоФҚ ерігінділерінің концентрация диапазонында ДММ жүйеде және 5.7 – 2.1% ДММ және 12.3 – 15.5% МоФҚ концентрация диапазонында кристалданатыны шығады. МоФҚ кристалданады. 8.2 – 6.4% ДММ және 6.2 – 9.3% МоФҚ концентрация диапазонында ДММ•МоФҚ қосылысы ерігіндіден төменгі фазаға шығарылады.

Кесте 1 – ДММ–МоФҚ–су ерігіштігінің деректері

Сұйық фазаның құрамы, %		Қатты қалдық құрамы, %		Қатты фаза
ДММ	МоФҚ	ДММ	МоФҚ	
12.2	-	15.2	-	ДММ
11.5	2.8	23.5	5.4	ДММ
9.8	5.4	27.8	5.6	ДММ+ДММ•МоФҚ
8.2	6.2	35.8	6.4	ДММ•МоФҚ
7.3	8.6	38.3	7.2	ДММ•МоФҚ
6.4	9.3	41.8	10.4	ДММ•МоФҚ
6.1	10	43.6	12.7	ДММ•МоФҚ+ МоФҚ
5.7	12.3	48.1	13.4	МоФҚ
5.2	12.5	8.5	37.2	МоФҚ
4.8	12.8	6.3	40.2	МоФҚ
3	13	5.4	36.3	МоФҚ
2.1	13.1	3.8	35.7	МоФҚ
-	15.5	-	100	МоФҚ

Химиялық талдаудың изотермиялық әдістері ДММ–МоФҚ–су үш компонентті су–тұз жүйесіндегі химиялық өзара әрекеттесуді зерттеді. Жаңа қос қосылыстың кристалдану аймағы анықталды-белсенді зат ДММ•МоФҚ.

Топырақ үлгілерінде белсенді заттың – диметилломочевина негізіндегі Қос қосылыстың және моль қатынасы 4:1 тең болған кезде аммиак селитрасы фонында алынған молибденнің фитоқосылысының – 200 кг/га (68 кг/га N) топырақ микроорганизмдерінің – еркін тіршілік ететін, фосфорформобилизациялайтын бактериялардың, гетеротрофты бактериялардың, ашытқы саңырауқұлақтарының, олиготрофтардың және денитрификаторлар топырақтың гумусы мен нитратты азотын ыдыратады.

Зерттеу үшін өсімдік қалдықтары бар мақта дақылдарының топырағы пайдаланылды. Топырақтағы азот пен фосфор пентоксидінің, гумустың қоректік құрамы: топырақта 21.3 мг/кг – N; 17.4 мг/кг – P₂O₅; 1.18 % – қарашірік. Топырақтың модельдік үлгілері топыраққа аммиак селитрасын, диметилломочевина негізіндегі қос қосылыстың 10% және 20% ерігінділерін және молибден фитоқосылысын енгізу арқылы дайындалды. Компоненттерді араластыру жүргізілді, яғни топырақты сумен 16.5% массаға дейін ылғалдандыру және оны 20-25 °С температурада 30 күн ұстау. Әр 3 күн сайын топырақтың ылғалдылығы 16.5-16.8% массаға дейін сақталды. Топырақтың микробиологиялық зерттеулері 30 күннен кейін жүргізілді.

2-кестеде топырақ микроорганизмдерінің санына аммиак селитрасы – 200 кг/га (68 кг/га N) фонында моль қатынасы 4:1 тең болған кезде алынған диметилломочевина және молибден фитоқосылысы негізінде қос қосылыстың әсер етуі бойынша деректер келтірілген.

Кесте 2 – Аммоний нитраты мен белсенді заттың – диметилломочевина және молибденнің фитокосылысы негізіндегі қос қосылыстың топырақ микроорганизмдерінің санына әсері

Нұсқалардың атауы	Топырақ микроорганизмдерінің саны, 1,0 г топырақтағы млн.			
	еркін өмір сүретіндер	фосфорды мобилизациялаушы	олиготрофтар	денитрификаторлар
1. Бақылау-топырақ	0.53	0.61	5.42	5.75
2. Құрамында аммоний нитраты бар топырақ-200 кг/га (68 кг/га N)	0.55	0.74	10.8	12.6
3. Құрамында аммиак селитрасы бар топырақ-200 кг/га (68 кг/га N) және 100 мл / га 10% ДММ және МоФҚ негізіндегі қос қосылыстың суспензиясы	1.66	1.97	5.55	5.86
4. Құрамында аммиак селитрасы бар топырақ-200 кг/га (68 кг/га N) және 100 мл / га 20% ДММ және МоФҚ негізіндегі қос қосылыстың суспензиясы	1.74	2.34	5.52	5.70

Алынған мәліметтерден белсенді зат – аммоний нитратының фонындағы қос қосылыс қос қосылысы жоқ аммоний нитратымен салыстырғанда мыналардың санын арттыратыны анықталды:

- азотты түзетін бактериялар 3.0 және 3.2 есе;
- фосфорды мобилизациялаушы бактерияларды 2.7-3.2 есеге;

-өсімдік қалдықтарының ыдырауын және өзге де гумустың түзілуін қамтамасыз ететін гетеротрофты бактериялар мен ашытқы саңырауқұлақтары 1.6 және 3.1 рет. Сондай-ақ, белсенді зат аммиак селитрасының фонында қос қосылыс болып табылады, ал қос қосылысы жоқ аммиак селитрасымен салыстырғанда олардың санын азайтады:

- топырақтың гумусы мен нитратты азотын 2.1 және 2.2 есе, 2.9 және 3.0 есе ыдырататын олиготрофтар мен денитрификаторлар.

Модельдік топырақ үлгілерінде аммиак селитрасы – 200 кг/га (68 кг/га N) және белсенді зат – аммиак селитрасы фонында моль қатынасы 1:1 тең болған кезде алынған диметилломочевина және молибден фитокосылуы негізіндегі қос қосылыс – 200 кг/га (68 кг/га N) бар топырақтың әсері айқындалды үш ай ішінде жеңіл гидролизденетін азоттың жинақталуына.

Зерттеу үшін өсімдік қалдықтары бар мақта дақылдарының топырағы пайдаланылды. Топырақтағы азот пен фосфор пентоксидінің, гумустың қоректік құрамы: N-21.3 мг / кг топырақ; P₂O₅-17.4 мг / кг топырақ; гумус – 1.18 %. Топырақтың модельдік үлгілері топыраққа аммиак селитрасын, диметилломочевина және молибден фитокосылысын негізіндегі қос қосылыстың 10% және 20% ерітінділерін енгізу арқылы дайындалды.

Компоненттерді араластыру жүргізілді, топырақты 16.5 % массаға дейін сумен ылғалдандыру және оны 20-25 °С температурада 60 күн ұстау. Әр 3 күн сайын 16.5-16.8% топырақ ылғалдылығын сақтау үшін топырақ ылғалдандырылды

3-кестеде 60 күн ішінде топырақ үлгілерінде жеңіл гидролизденетін азоттың жинақталуы туралы мәліметтер келтірілген.

Кесте 3 – 20, 40 және 60 күннен кейін топырақ үлгілерінде жеңіл гидролизденетін азоттың жинақталуы

Нұсқаулар	жеңіл гидролизденетін азоттың жинақталуы, мг/кг		
	20 күн	40 күн	60 күн
1. Бақылау	21.5	21.4	21.5
2. Құрамында аммоний нитраты бар топырақ-200 кг/га (68 кг/га N)	38.5	38.4	38.5
3. Құрамында аммиак селитрасы бар топырақ-200 кг/га (68 кг/га N) және 100 мл / га 10% ДММ және МоФҚ негізіндегі қос қосылыстың суспензиясы	46.6	50.9	54.7
4. Құрамында аммиак селитрасы бар топырақ-200 кг/га (68 кг/га N) және 100 мл / га 20% ДММ және МоФҚ негізіндегі қос қосылыстың суспензиясы	47.2	51.5	55.4

Егер бақылау және эталондық нұсқаларда жеңіл гидролизденетін азот құрамының өзгеруі байқалмаса және оның мәні 38.5-38.4 мг/кг болса, онда 10% ДММ + МоФҚ сулы суспензиясы жеңіл гидролизденетін азоттың алғашқы 20 күнінің 46.6 мг/кг топыраққа дейін жиналуына ықпал етеді, келесі 20 күн – 50.9 мг/кг және 60% күн – 54.7 мг / кг. ДММ + МоФҚ – ның 20% су суспензиясы тиімдірек, ол жеңіл гидролизденетін азоттың алғашқы 20 күнін 47.2 мг/кг топыраққа дейін, келесі 20 күнде 51.5 мг/кг-ға және 60 күнде 55.4 мг/кг-ға дейін жинақтауды қамтамасыз етеді.

4. Қорытынды

1. Химиялық талдаудың изотермиялық әдістері диметилолмочевина – молибден-су фитоқосылысы үш компонентті су-тұз жүйесіндегі химиялық өзара әрекеттесуді зерттеді. 4:1 моль қатынасында жаңа қос қосылыстың – ДММ және МоФҚ негізіндегі белсенді заттың кристалдану аймағы анықталды.

2. Топырақтың модельдік үлгілерінде белсенді зат аммиак селитрасымен салыстырғанда аммиак селитрасы аясында ДММ•МоФҚ қос қосылысы болып табылады, азотты бекітетін бактериялардың санын 3.0 және 3.2 есе арттырады.

3. Белсенді зат ДММ•МоФҚ қос қосылысы болып табылады, топырақта жеңіл гидролизденетін азоттың алғашқы 20 күнінде 46.6-47.2 мг/кг дейін, 40 күнде –50.9-51.5 мг/кг, ал 60 күнде – 54.7-55.4 мг/кг дейін жиналуына ықпал етеді.

Қаржыландыру: Жұмыс Қазақстан Республикасы Білім және ғылым министрлігінің Ғылым комитеті жүзеге асыратын ғылыми зерттеулерді мақсатты қаржыландырудың 2023-2024 жылдарға арналған бағдарламасы бойынша А. Б. Бектұров атындағы Химия ғылымдары институтында BR18774042 №43 – ПЦФ – 23 – 24 жобалары бойынша орындалды

Мүдделер қақтығысы: Авторлар осы мақалада ашуды талап ететін авторлар арасындағы мүдделер қақтығысының жоқтығын мәлімдейді.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛУЧЕНИЯ ДЕЙСТВУЮЩЕГО ВЕЩЕСТВА И ЕГО МИКРОБИОЛОГИЧЕСКОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЛЯ ПРОТРАВЛИВАНИЯ СЕМЯН ХЛОПЧАТНИКА НА ОСНОВЕ ДИМЕТИЛОЛМОЧЕВИНЫ И ФИТОСОЕДИНЕНИЯ МОЛИБДЕНА

Э.Н. Рамазанова^{1}, С. Усманов¹, Н.Н. Есеркеева¹, А.М. Жолмаганбетова²,
О.В. Мячина³, Р.У. Махмудов⁴, Х.С. Усманов⁴*

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

²Казахский Национальный Женский Педагогический Университет, Алматы, Казахстан

³Институт общей и неорганической химии АНРУз, Ташкент, Узбекистан

⁴ТОО «НПО «Ана Жер», Алматы, Казахстан

*E-mail: elzira82@mail.ru

Резюме. Введение. Лекарственные средства, используемые для сельскохозяйственных культур, в частности семян хлопчатника, При дефиците азотных удобрений не могут питаться дополнительным азотом в необходимом объеме. В данной статье поставлена задача создания нового активного вещества в хлопководстве на основе фитосоединения диметиллолмочевины и молибдена, позволяющего снизить заболеваемость хлопком, увеличить накопление легко гидролизуемого азота в почве и получить более высокие урожаи хлопка. *Цель.* Исследование химического взаимодействия диметиллолмочевины-фитосоединения молибдена-воды в трехкомпонентной водно-солевой системе изотермическим методом. Объекты. ДММ, ФСМо, двойное соединение ДММ-ФСМо. *Результаты.* Изотермический метод при 25°C показал, что растворы 12.2-9.8% ДММ и 2.8-5.4% ФСМо кристаллизуются в системе ДММ в диапазоне концентраций, 5.7-2.1% ДММ и 12.3 - в диапазоне концентраций. Кристаллизуется 15.5% ФСМо, ФСМо и в диапазоне концентраций 8.2-6.4% ДММ и 6.2-9.3% ФСМо соединение ДММ•ФСМо отделяется от раствора на эту фазу. *Вывод.* Область кристаллизации нового двойного соединения, активного вещества на основе ДММ и ФСМо установлено в молярном соотношении 4ДММ и ФСМо. Область кристаллизации реагента – нового двойного соединения - определяли изотермическим методом на основе диметиллолмочевины и фитосоединения молибдена в молевом соотношении 4:1. В модельных образцах почвы было обнаружено, что двойное соединение на фоне активного вещества – селитры аммония 4ДММ и ФСМо увеличивает количество азотфиксирующих бактерий в 3.0 и 3.2 раза по сравнению с селитрой аммония. Было показано, что двойное соединение 4 ДММ•ФСМо способствует накоплению в почве легко гидролизуемого азота до 46.6-47.2 мг/кг в первые 20 дней, на 40-й день - 50.9-51.5 мг/кг и в сутки и на 60 день –54.7-55.4 мг/кг. Эти исследования хорошо согласуются с результатами увеличения числа азотфиксирующих бактерий.

Ключевые слова: диметиллолмочевина, фитосоединениемолибдена, легкогидролизуемый азот, действующее вещество, изотермический метод, кристаллизация, двойное соединение, система

<i>Рамазанова Эльзира Нурадиловна</i>	<i>научный сотрудник</i>
<i>Усманов Султан</i>	<i>профессор, доктор технических наук</i>
<i>Есеркеева Назгул Нуркасымовна</i>	<i>научный сотрудник</i>
<i>Жолмаганбетова Маржан Аманбаевна</i>	<i>PhD докторант</i>
<i>Мячина Ольга Владимировна</i>	<i>старший научный сотрудник, доктор биологических наук</i>
<i>Махмудов Равшан Умарович</i>	<i>старший научный сотрудник</i>
<i>Усманов Хазрат Султанович</i>	<i>старший научный сотрудник, кандидат технических наук</i>

Әдебиеттер тізімі

1. Пестициды регуляторы роста растений. Трихлорфенолят меди (ТХФМ). <http://www.cnsbh.ru/akdil/0034/base/RT/000418.shtm>. – Энциклопедии, словари, справочники (поиск)/ – 14.03.2018.
2. Ганиев М. М., Недорезков В. Д. Химические средства защиты растений. - Лань, 2021. <https://www.labirint.ru/books/774634/>
3. Хамитова Р.Я., Мирсайтова Г.Т., Современные тенденции в области применения пестицидов // Журнал Гигиена и Санитария. – 2014. – №4. – С.23-26.
4. Пестициды регуляторы роста растений. Бронопол (бронокот, бронотак). <http://www.cnsbh.ru/akdil/0034/base/RB/000309.shtm>. – Энциклопедии, словари, справочники (поиск)/ – 16.03.2018.
5. Усманов С., Идрисов Д.А., Елешев Р.Е., Махмудов Р.У., Калкабаева А.М. Восстановление плодородия почв, защита и питание растений. Стратегическая политика ТОО Агропромышленный концерн «Сункар» в решении проблем. – Алматы: Даур, 2003. – 404с.
6. Усманов С., Идрисов Д.А., Исекешев А.О., Аблазимов Б.Н. Стратегическая политика химизации агропромышленного комплекса Республики Казахстан при вступлении ее в ВТО. – Алматы: Даур, 2004. – 198 с.
7. Усманов С., Тойпасова У.М., Омарова Г.Т., Ашимханова З.С., Козыбакова Э.Б., Кабылбек К. Изучение химического взаимодействия диметилломочевины с биокарбонатом натрия визуально-политермическим методом // Известия НТО Кахах.- 2014. №2 (45). – с.31-33
8. А.А. Сиротин Практикум по микробиологии -Белгород: Изд-во БелГУ, 2007.-80 с.
9. Звягинцев Д.Г. Методы почвенной микробиологии биохимии: Учебное пособие.– М.: МГУ, 1991.–304с.
10. Практикум по агрохимии: Учеб. пособие. - 2-е изд., / Под ред. академика РАСХН В. Г. Минеева. - М.: Изд-во МГУ, 2001. -689 с.

References

1. Pesticidy reguljatory rosta rastenij. Trihlorfenoljat medi (THFM). – <http://www.cnsbh.ru/akdil/0034/base/RT/000418.shtm>. – Jenciklopedii, slovari, spravocniki (poisk)/ 14.03.2018.
2. Ganiev M. M., Nedorezkov V. D. Chemical means of plant protection. - Lan, 2021 <https://www.labirint.ru/books/774634/>
3. Khamitova R.Ya., Mirsaitova G.T., Modern trends in the field of pesticide use // Journal of Hygena and Sanitation. - 2014. -№4. –S.23-26.
4. Pesticidy reguljatory rosta rastenij. Bronopo (bronokot, bronotak). – <https://www.cnsbh.ru/akdil/0034/base/RB/000309.shtm>. – Jenciklopedii, slovari, spravocniki (poisk)/ 16.03.2018.
5. Usmanov S., Idrisov D.A., Eleshev R.E., Mahmudov R.U., Kalkabaeva A.M. Vosstanovlenie plodorodija pochv, zashhita i pitanie rastenij. Strategicheskaja politika TOO Agropromyshlennyj koncern «Sunkar» vreshenii problem. –Almaty: Daur, 2003. –404 s.
6. Usmanov S., Idrisov D.A., Isekeshhev A.O., Ablazimov B.N. Strategicheskaja politika himizacii

agropromyshlennogo kompleksa Respubliki Kazahstan privstuplenii ee v VTO.–Almaty: Daur, **2004**. – 198 s.

7. Usmanov S., Toypasova U.M., Omarova G.T., Ashimkhanova Z.S., Kozybakova E.B., Kabyzbek K. Study of the chemical interaction of dimethylol urea with sodium biocarbonate by visual-polythermal method // Izvestiya NTO Kakhakh. - **2014**. No. 2 (45). – p.31-33

8. A.A. Sirotin. Workshop on microbiology - Belgorod: Publishing House of BelSU, 2007.-80 p.

9. Zvjagincev D.G. Metody pochvennoj mikrobiologii i biohimii: Uchebnoe posobie. – M.:MGU,**1991**. –304 s.

10. Workshop on agricultural chemistry: Proc. allowance. - 2nd ed., / Ed. Academician of the Russian Academy of Agricultural Sciences V. G. Mineev. - M.: Publishing House of Moscow State University, **2001**. -689 p.

QUANTUM CHEMICAL STUDY OF HYDROGENATION OF SUNFLOWER OIL OVER NICKEL CATALYSTS

Zh.A. Sailau^{1*}, N.Zh. Almas², K. P. Aimaganbetov², B. A. Kurbanova²,
K. Toshtay¹, A.A. Aldongarov³

¹Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

²International Science Complex Astana, Astana, Kazakhstan

³L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan

*E-mail: sailau.online@gmail.com

Abstract. *Introduction.* Vegetable oil hydrogenation is vital in edible margarine production, preventing rapid deterioration caused by double bond oxidation. Hydrogenation preserves vegetable oils by countering double bond oxidation, ensuring product quality. During this process, geometric isomers, notably trans isomers, form, driven by thermodynamic stability. Nickel catalysts are crucial in the oil and ghee industry for efficient hydrogenation. *Purpose.* Our study investigates the hydrogenation of sunflower oil with nickel catalysts, aiming to uncover molecular dynamics and interactions shaping this process. We reveal essential insights into linoleic acid-nickel interactions, elucidating hydrogenation mechanisms and implications for glycerol production. *Methodology.* Quantum chemical calculations and HyperChem software were employed to study the linoleic acid-nickel interaction during hydrogenation. This study delves into the hydrogenation of sunflower oil using nickel catalysts, employing quantum chemical calculations and HyperChem software. *Results.* Our research elucidates robust linoleic acid-nickel interactions through optimized structures, molecular electrostatic maps, molecular orbitals, bond lengths, and energies. These findings enhance our understanding of hydrogenation mechanisms. Additionally, we found that nickel-metal interactions primarily drive glycerol production from biofuels, promising efficiency gains. *Conclusion.* Our study yields insights into vegetable oil hydrogenation with nickel catalysts, optimizing processes in the oil and ghee industry. Furthermore, it has implications for glycerol production from biofuels, offering potential advancements in this area.

Keywords: Vegetable oils, hydrogenation method, nickel catalysts, biofuel, quantum chemical calculations

<i>Sailau Zhassulan Askhatuly</i>	<i>3rd year PhD student. E-mail: sailau.online@gmail.com</i>
<i>Almas Nurlan Zhumabekuly</i>	<i>PhD, Chief Researcher. E-mail: nurlanalmasov@gmail.com</i>
<i>Kazybek Aimaganbetov</i>	<i>PhD candidate, Researcher. E-mail: kazybek012@gmail.com</i>
<i>Bayan Kurbanova</i>	<i>Master, Researcher. E-mail: baran.kurbanova@nu.edu.kz</i>
<i>Toshtay Kainaubek</i>	<i>PhD, Senior Lecturer. E-mail: kainaubek.toshtay@gmail.com</i>
<i>Aldongarov Anuar Akykhanovich</i>	<i>PhD, Associated Professor. E-mail: enu-2010@yandex.kz</i>

Citation: Zh.A.Sailau, N.Zh.Almas, K.P.Aimaganbetov, B.A.Kurbanova, K.Toshtay, A.A.Aldongarov. Quantum chemical study of hydrogenation of sunflower oil over nickel catalysts. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 3(83), 118-126. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.33>

НИКЕЛЬ КАТАЛИЗАТОРЛАРЫНДА КҮНБАҒЫС МАЙЫН ГИДРЛЕУ ПРОЦЕСІН КВАНТТЫҚ ХИМИЯЛЫҚ ЗЕРТТЕУ

**Ж. А. Сайлау^{1*}, Н. Ж. Алмас², К. П. Аймағанбетов², Б. А. Құрбанова²,
Қ. Тоштай¹, А. А. Алдонгаров³**

¹Әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті, Алматы, Қазақстан

²Астана халықаралық ғылыми кеішені, Астана, Қазақстан

³Л. Н. Гумилев атындағы Еуразия Ұлттық Университеті, Астана, Қазақстан

*E-mail: sailau.online@gmail.com

Түйіндеме. *Кіріспе.* Өсімдік майларын гидрлеу тағамдық маргариндерді өндіруде шешуші рөл атқарады. Гидрогенизацияланбаған майлар қос байланыстарының тотығуына байланысты тез нашарлайды, нәтижесінде жағымсыз дәм мен иіс пайда болады. Дегенмен, гидрлеу арқылы бұл жағымсыз процестер жеңілдетіліп, қымбат емес майларды бағалы қатты майларға айналдыруға мүмкіндік береді. Айта кету керек, өсімдік майларының көпшілігінде негізінен cis-конфигурацияланған қос байланыс май қышқылдары бар. Соған қарамастан, гидрлеу процесінде май қышқылдарының cis изомерімен салыстырғанда термодинамикалық тұрақтылығы жоғары болғандықтан геометриялық изомерлер, әсіресе транс изомерлері түзіледі. *Мақсат.* Мұнай және май өнеркәсібінде никель катализаторларын пайдалану гидрлеу процестері үшін үлкен маңызға ие. Никельді катализаторлар өсімдік майларының түрленуін жеңілдетеді, соңғы өнімнің сапасы мен жарамдылығын арттыруға ықпал етеді. *Әдістеме.* Бұл зерттеуде біз никель катализаторларын пайдалана отырып, күнбағыс майының гидрлеу механизміне зерттеу жүргіздік. Молекулалық өзара әрекеттесулер мен динамика туралы түсінік алу үшін біз кванттық химиялық есептеулерді және NucleoChem бағдарламалық құралын қолдандық. *Нәтижелер.* Біздің зерттеуіміз гидрогенизация кезінде линол қышқылы мен никель металы арасындағы күрделі өзара әрекетке жарық түсіріп, маңызды нәтижелер берді. Оңтайландырылған құрылымдарды, молекулалық электростатикалық карталарды, молекулалық орбитальдарды, байланыс ұзындықтарын және энергияларды талдау арқылы біз линол қышқылы мен никель металы арасындағы берік молекулааралық әрекеттесулерді анықтадық. Бұл нәтижелер никель катализаторларының қатысуымен гидрлеу реакцияларын жүргізетін іргелі процестерді түсіндіреді, бұл негізгі механизмдер туралы түсінігімізді арттырады. Сонымен қатар, біздің зерттеуіміз биоотыннан глицерин алу, ең алдымен, никель металының линол қышқылының қос байланыстарымен әрекеттесуінен тұратынын анықтады. Бұл білім өнеркәсіптің әртүрлі салаларындағы құнды құрамдас бөлігі болып табылатын глицерин өндірудің тиімді және тұрақты процестерін дамытуға ықпал етеді. *Қорытынды.* Қорытындылай келе, біздің зерттеуіміз никель катализаторлары арқылы өсімдік майларын гидрлеуге қатысты құнды түсініктер береді. Бұл процеске қатысатын молекулалық өзара әрекеттесулер мен механизмдерді түсіну гидрогенизация процестерін оңтайландыруға, мұнай және май өнеркәсібінде алынған өнімдердің сапасы мен жарамдылығын жақсартуға ықпал етеді. Сонымен қатар, біздің қорытындыларымыз биоотыннан глицерин өндіруге әсер етеді, бұл осы саладағы әлеуетті жетістіктерді ұсынады.

Түйінді сөздер: Өсімдік майлары, гидрлеу әдісі, никель катализаторлары, биоотын, кванттық химиялық есептеулер

<i>Сайлау Жасұлан Асхатұлы</i>	<i>3-ші курс докторанты</i>
<i>Алмас Нұрлан Жұмабекұлы</i>	<i>PhD, бас ғылыми қызметкер</i>
<i>Қазыбек Аймағанбетов</i>	<i>3-ші курс докторанты, ғылыми қызметкер</i>
<i>Баян Құрбанова</i>	<i>магистр, ғылыми қызметкер</i>
<i>Тоштай Қайнаубек</i>	<i>PhD</i>
<i>Алдонгаров Ануар Ақылханович</i>	<i>PhD, доцент</i>

1. Кіріспе

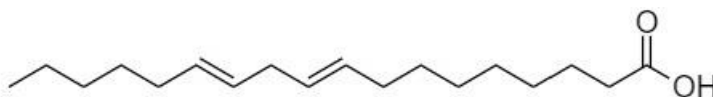
Май өнеркәсібі никель катализаторларын гидрлеу процесіне катализатор ретінде пайдаланады [1-3]. Гидрлеу процесі 0.3–0.5 МПа сутегі қысымында және 160°C-тан 180°C-қа дейінгі температурада жүргізіледі [4,5]. Никель мен оның қосылыстары канцерогенді және аллергенді болғандықтан, оны гидрлеуден кейін бөлу үшін қымбат операциялар қажет. Ең бастысы, никель катализаторларында алынған өнімдерде транс май қышқылы изомерлерінің көп мөлшері (20%-40%) болады [6-9]. Көптеген зерттеушілер транс май қышқылын тұтыну дүние жүзіндегі өлім-жітімнің негізгі бөлігін құрайтын жүрек-қан тамырлары ауруларының, сондай-ақ онкологиялық аурулардың, семіздіктің, II типті қант диабетінің, овуляциялық бедеуліктің, жүйке жүйесі ауруларының жоғары қауіпімен байланысты екенін айтады [10-15]. Дүниежүзілік денсаулық сақтау ұйымы транс май қышқылын тұтынуды тәуліктік энергия қажеттілігінің 1.0% аспауы үшін шектеуді ұсынады [16]. Дания 2003 жылы ішінара гидрленген өсімдік майларын қолдануға тыйым салды, бұл Еуропадағы бірінші ел болды. Еуропалық Одақ май мен мұнай өнімдерінде транс изомерлер шегін белгіледі — 2%-дан аспайды [17]. Кеден одағының 024/2011 техникалық регламентіне сәйкес 2018 жылдың 1 қаңтарынан бастап спредтердегі, сүт майын алмастырғыштардағы, жұмсақ және қатты маргарин түріндегі транс изомерлер нормасы да енгізілді – бұл 2.0%-дан аспайды [18].

Көптеген зерттеулер родий, палладий, рутений және платина сияқты зияндығы төмен катализаторлар никельге балама бола алатынын хабарлады. Платина тобындағы металдар негізіндегі катализаторларды пайдалану гидрогенизация процесін никель жүйелерімен салыстырғанда жұмсақ жағдайларда жүргізуге мүмкіндік береді, ал алынған өнімде транс изомерлерінің мөлшері аз болады [19-20]. Туняратчтанон және т.б. [21] және МакАрдл және т.б. [22] зерттеулері бойынша биметаллдық катализаторды (палладий-магний, платина-магний және платина-никель) генерациялау үшін катализатор құрамын өзгерту белсенді фазалардың электрондық құрылымын өзгертеді, бұл соңғы өнімдегі транс изомерлер құрамының мөлшерін азайтуға көмектеседі. Гидрлеу процесінде транс изомерлер түзілуінің төмендеуіне ықпал ететін жағдайлар анықталды, олар төмен технологиялық температура, жоғары сутегі қысымы, катализатордың төмен концентрациясы, мұнай мен сутегінің қарқынды араласуы болды. Дегенмен, сол никель катализаторлары өнеркәсіптік катализаторлар ретінде әлі де қолданылады. Оның үстіне көптеген батыс елдерінде олар қатты май және мұнай өнімдерін алу үшін өсімдік майын ішінара гидрлеу әдісінен толығымен бас тартып, трансэтерификация процесін артық көрді. Бұл жұмыста күнбағыс майының ішінара гидрленуі коммерциялық никель катализаторы мен төмен пайыздық тірек платина катализаторы арқылы салыстырылды, транс изомерлер мөлшері өте аз гидрленген өнімдерді алу мүмкіндігі көрсетілген [23-35].

Мұнда біз никель катализаторы арқылы күнбағыс майын гидрлеу процесін зерттеп, кванттық химиялық есептеуді қолданамыз. Біз кванттық химиялық есептеулерді, PM3 әдісін және HyperChem бағдарламалық құралын енгіземіз. Атап айтқанда, біз оңтайландырылған құрылымдарды, молекулалық электростатикалық карталарды, молекулалық орбитальдарды және никель катализаторы арқылы күнбағыс майын гидрлеудің энергияларын зерттейміз.

2. Тәжірибелік бөлім

Кванттық химиялық есептеулер HyperChem бағдарламалық жасақтамасымен оңтайландырылған құрылымдарды, молекулалық орбитальдарды, молекулалық электростатикалық карталарды және өзара әрекеттесу энергияларын алу үшін PM3 әдісі арқылы орындалды.



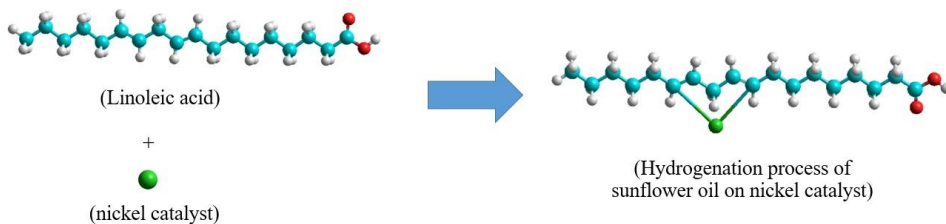
Сурет 1 - Линол қышқылының 2D химиялық құрылымдары

Осыған байланысты линол қышқылы күнбағыс майының май қышқылдарының құрамының есептеу үлгісі ретінде, ал катализатор үшін үлгі ретінде никель (Ni) таңдалды. Бастапқыда кванттық химиялық есептеулер сәйкесінше линол қышқылының және Ni-дің таза түрі үшін жүргізілді. Содан кейін күнбағыс майының Ni катализаторы арқылы гидрлеу процесін имитациялау үшін линол қышқылының Ni-мен қоспасы кванттық химиялық есептеулер арқылы модельденді. Стационарлық нүктелер аналитикалық есептеулер арқылы энергияның екінші туындылары үшін олардың потенциалдық энергия беттері үшін шынайы минимумдар болды.

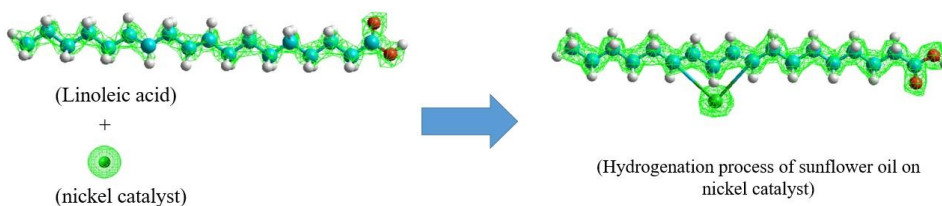
3. Нәтижелер мен талқылау

Кванттық химиялық есептеулер

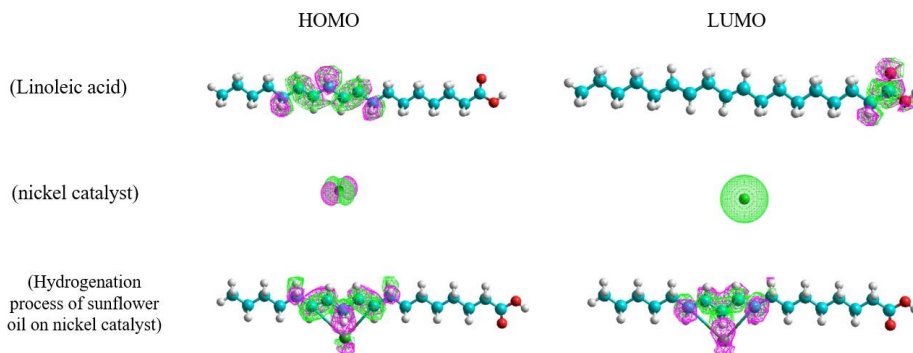
Бұл жұмыста никель катализаторында күнбағыс майының гидрлену процесін кванттық химиялық есептеулер арқылы түсіну үшін линол қышқылы, никель және линол қышқылының никельмен кешені зерттелді. Кванттық химиялық есептеулер арқылы линол қышқылы, никель және линол қышқылының никельмен кешені үшін оңтайландырылған құрылымдар, молекулалық электростатикалық карталар молекулалық орбитальдар мен энергиялар есептелді. Никель металы біздің есептеулерімізде линол қышқылының қанықпаған бөлігі (қос байланыстары бар) арқылы үйлестірілді (2-4 сурет).



Сурет 2 - Линол қышқылының, никельдің және линол қышқылының никельмен кешенінің оңтайландырылған құрылымдары. Түс кілгі: сұр: сутегі; көк: көміртегі; қызыл: оттегі; жасыл: никель



Сурет 3 - Линол қышқылының, никельдің және никельмен линол қышқылының кешенінің молекулалық электростатикалық карталары



Сурет 4 - Линол қышқылының, никель катализаторының және никель катализаторы бар линол қышқылының кешенінің ең жоғары орналасқан молекулалық орбитальдары (HOMO) және ең төменгі бос молекулалық орбитальдары (LUMO)

Бастапқыда линол қышқылы, никель және никель катализаторы бар линол қышқылы кешені үшін оңтайландырылған құрылымдар 2-суретте бейнеленген. Никель линол қышқылының қанықпаған (қосбайланыс) жағымен үйлестіруші агент ретінде әрекет ететінін анық көруге болады. Сонымен қатар, никельмен линол қышқылының арасындағы қысқа қашықтық тиісінше 3.74 Å және 3.49 Å болды.

Екіншіден, таза линол қышқылының, никельдің және линол қышқылының никельмен кешенінің оңтайландырылған геометриялық

құрылымдарының молекулалық электростатикалық карталары егжей-тегжейлі зерттелді. 3-суретте линол қышқылының, никельдің және линол қышқылының никельмен кешенінің молекулалық электростатикалық карталарының нәтижелері көрсетілген. Зарядтар линол қышқылымен никельдің айналасында локализацияланғанын атап өтуге болады.

Үшіншіден, НОМО және LUMO молекулалық орбитальдары линол қышқылының, никельдің және линол қышқылымен никель кешенінің оңтайландырылған құрылымдары үшін суреттелді. 4-суретте линол қышқылының, никельдің және линол қышқылының никельмен кешенінің НОМО-LUMO нәтижелері бейнеленген. 4-суретте ең жоғары орналасқан молекулалық орбиталь (НОМО) және ең төменгі бос молекулалық орбиталь (LUMO) никельмен байланысқан линол қышқылының қанықпаған қос байланыс тобының айналасында орналасқанын атап өтуге болады. Сонымен қатар, НОМО энергиясы -9.42 эВ болса, LUMO энергиясы 0.66 эВ болды. Демек, НОМО энергиясымен LUMO энергиясы арасындағы айырмашылық жоғары, бұл катализатордың химиялық реакцияға түспейтінін және күнбағыс майының гидрогенизация реакциясының жылдамдығын арттыруы мүмкін.

Төртіншіден, линол қышқылының жалпы энергиясы -74160.5 ккал/моль, ал никельдің жалпы энергиясы -23810.1 ккал/моль, ал линол қышқылының никельмен кешенінің жалпы энергиясы -98014.2 ккал/моль болды. Мұнда осы каталитикалық процестің байланыс энергиясын ($E_{\text{байланыс}}$) төмендегідей есептеуге болады:

$$E_{\text{байланыс}} = -98014.2 \text{ ккал/моль} - (-23810.1 \text{ ккал/моль} - 74160.5 \text{ ккал/моль}) = -43.6 \text{ ккал/моль}$$

Осыған байланысты, жоғарыда келтірілген есептеуде байқалғандай $E_{\text{байланыс}}$ мәні төмен, күнбағыс майын гидрлеу үшін никель катализаторының артықшылықты каталитикалық белсенділігін көрсетеді.

4. Қорытынды

Бұл жұмыста кванттық химиялық есептеулер мен HyperChem бағдарламалық құралын енгізу арқылы никель катализаторының қатысуымен күнбағыс майының гидрлеу механизмін зерттедік.

Қорытындылай келе, никель катализаторы арқылы күнбағыс майын гидрлеу процесі кванттық химиялық есептеулер арқылы модельденді. Күнбағыс майын гидрлеу процесінің есептеу моделі ретінде линол қышқылының никельмен комплексі таңдалды. Кванттық химиялық есептеу нәтижесі никель линол қышқылының қанықпаған қос байланыс жағымен координатасы төмен байланыс энергиясы және НОМО-LUMO энергия айырмашылығы жоғары екенін көрсетті. Есептік зерттеудің қазіргі жұмысы никель катализаторы арқылы күнбағыс майының гидрлену реакциясын жобалауға және жақсартуға көмектесуі мүмкін.

Қаржыландыру: Бұл зерттеуге Қазақстан Республикасы Білім және ғылым министрлігі Ғылым комитетінің №АР14871389, №АР14871087 және №АР08052504 гранты қолдау көрсетті.

Мүдделер қақтығысы: Авторлар осы мақалада келтірілген деректерде авторлар арасында мүдделер қақтығысының жоқтығын мәлімдейді.

ВЫЧИСЛИТЕЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ОЧИСТКИ БИОТОПЛИВА ОТ СВОБОДНЫХ ЖИРНЫХ КИСЛОТ ИОННЫМИ ЖИДКОСТЯМИ НА МОЛЕКУЛЯРНОМ УРОВНЕ

Ж.А. Сайлау^{1}, Н.Ж. Алмас², К. П. Аймаганбетов², Б. А. Курбанова²,
К. Тоштай¹, А.А. Алдонгаров³*

¹Казхский Национальный Университет имени Аль-Фараби, Алматы, Казахстан

²Международный научный комплекс Астана, Астана, Казахстан

³Евразийский Национальный Университет имени Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан

*E-mail: sailau.online@gmail.com

Резюме. *Введение.* Гидрогенизация растительных масел играет решающую роль в производстве пищевых маргаринов. Негидрированные масла быстро портятся из-за окисления их двойных связей, что приводит к неприятному вкусу и запаху. Однако с помощью гидрирования эти нежелательные процессы смягчаются, что позволяет превращать дорогие масла в ценные твердые масла. Стоит отметить, что большинство растительных масел содержат преимущественно цис-конфигурированные жирные кислоты с двойными связями. Тем не менее, в процессе гидрирования образуются геометрические изомеры, особенно транс-изомер, благодаря его превосходной термодинамической стабильности по сравнению с цис-изомером жирных кислот. *Цель.* Использование никелевых катализаторов в производстве масла и топленого масла имеет огромное значение для процессов гидрогенизации. Никелевые катализаторы облегчают преобразование растительных масел, способствуя повышению качества и удобства использования конечных продуктов. *Методология.* В данном исследовании мы провели исследование механизма гидрирования подсолнечного масла с использованием никелевых катализаторов. Чтобы получить представление о молекулярных взаимодействиях и динамике, мы использовали квантово-химические расчеты и программное обеспечение HyperChem. *Результаты.* Наше исследование дало важные результаты, проливая свет на сложное взаимодействие между линолевой кислотой и металлическим никелем во время гидрирования. Благодаря анализу оптимизированных структур, молекулярных электростатических карт, молекулярных орбиталей, длина связей и энергий мы выявили надежные межмолекулярные взаимодействия между линолевой кислотой и металлическим никелем. Эти результаты проливают свет на фундаментальные процессы, которые управляют реакциями гидрирования в присутствии никелевых катализаторов, улучшая наше понимание лежащих в их основе механизмов. Более того, наше исследование показало, что производство глицерина из биотоплива в первую очередь связано с взаимодействием металлического никеля с двойными связями линолевой кислоты. Эти знания способствуют разработке более эффективных и устойчивых процессов производства глицерина, ценного компонента в различных отраслях промышленности. *Заключение.* Таким образом, наше исследование дает ценную информацию о гидрировании растительных масел с использованием никелевых катализаторов. Понимание молекулярных взаимодействий и механизмов, вовлеченных в этот процесс, может способствовать оптимизации процессов гидрирования, повышению качества и удобства использования получаемых продуктов в производстве масла и гхи. Кроме того, наши результаты имеют значение для производства глицерина из биотоплива, предлагая потенциальные достижения в этой области.

Ключевые слова. растительные масла, метод гидрирования, никелевые катализаторы, биотопливо, квантово-химические расчеты

<i>Сайлау Жасулан Асхатулы</i>	<i>докторант 3-го курса</i>
<i>Алмас Нурлан Жумабекович</i>	<i>PhD, главный научный сотрудник</i>
<i>Тоштай Кайнаубек</i>	<i>PhD</i>
<i>Казыбек Аймаганбетов</i>	<i>докторант 3-го курса, научный сотрудник</i>
<i>Баян Курбанова</i>	<i>магистр, научный сотрудник</i>
<i>Алдонгаров Ануар Акылханович</i>	<i>PhD, доцент</i>

References

- Flexer V., Brun N., Courjean O., Backov R., Mano, N. Porous mediator-free enzyme carbonaceous electrodes obtained through integrative chemistry for biofuel cells. *Energy & Environmental Science*, **2011**, 4(6), 2097-2106.
- Wen D., Liu W., Herrmann A. K., Eychmüller A. A membraneless glucose/O₂ biofuel cell based on Pd aerogels. *Chemistry—A European Journal*, **2014**, 20(15), 4380-4385.
- Gude V. G. (Ed.). *Green chemistry for sustainable biofuel production*. CRC Press, **2018**, 614 p.
- Lucassen A., Labbe N., Westmoreland P. R., Kohse-Höinghaus K. Combustion chemistry and fuel-nitrogen conversion in a laminar premixed flame of morpholine as a model biofuel. *Combustion and flame*, **2011**, 158(9), 1647-1666.
- Labbe N. J., Seshadri V., Kasper T., Hansen N., Oswald P., Westmoreland P. R. Flame chemistry of tetrahydropyran as a model heteroatomic biofuel. *Proceedings of the Combustion Institute*, **2013**, 34(1), 259-267.
- Cooney M. J., Svoboda V., Lau C., Martin G., Minter S. D. Enzyme catalysed biofuel cells. *Energy & Environmental Science*, **2008**, 1(3), 320-337.
- Bhosale M. V. K., Kulkarni S. G., & Kulkarni P. S. Ionic liquid and biofuel blend: a low-cost and high performance hypergolic fuel for propulsion application. *Chemistry Select*, **2016**, 1(9), 1921-1925.
- Vaz S. A renewable chemistry linked to the Brazilian biofuel production. *Chemical and Biological Technologies in Agriculture*, **2014**, 1(1), 1-6.
- Liu T., Khosla C. Genetic engineering of *Escherichia coli* for biofuel production. *Annual review of genetics*, **2010**, 44, 53-69.
- Liu Y., Wang M., Zhao F., Liu B., & Dong S. A low-cost biofuel cell with pH-dependent power output based on porous carbon as matrix. *Chemistry—A European Journal*, **2005**, 11(17), 4970-4974.
- Gunstone F. *The Chemistry of Oils and Fats: Sources, Composition, Properties and Uses*. John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey, **2009**. 304 p.
- List G.R., King J.W. *Hydrogenation of Fats and Oils: Theory and Practice*. Elsevier, Netherlands, **2016**. 419 p.
- World Health Organization. Diet, nutrition and the prevention of chronic disease. Report of Joint WHO/FAO Expert Consultation, WHO Technical Report Series 916, Geneva, **2003**.
- L'Abbé M.R., Stender S., Skeaff C.M., Tavella M. Approaches to removing trans fats from the food supply in industrialized and developing countries, *Eur. J. Clin. Nutr.* 63, **2009**, 50-67. <https://doi.org/10.1038/ejcn.2009.14>
- Russia. Trans fat legislation in Republic of Russia, **2018**. <http://www.pravsky.com/russiacontent-trans-isomers-food-must-not-exceed-2-total-fat-content> (accessed February 2020).
- Veldsink J.W., Bouma M.J., Schöön N.H., Beenackers A.A. Heterogeneous hydrogenation of vegetable oils: a literature review, *Cat. Rev.*, **1997**, 39, 253-318. <https://doi.org/10.1080/01614949709353778>
- Guo S., Liew K.Y., Li J. Catalytic activity of ruthenium nanoparticles supported on carbon nanotubes for hydrogenation of soybean oil, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **2009**, 86, 1141. <https://doi.org/10.1007/s11746-009-1457-5>
- Iida H., Itoh D., Minowa S., Yanagisawa A., Igarashi A. Hydrogenation of soybean oil over various platinum catalysts: Effects of support materials on trans fatty acid levels, *Cat. Commun.*, **2015**, 62, 1-5. <https://doi.org/10.1016/j.catcom.2014.12.025>

19. Simakova I. L., Simakova O. A., Romanenko A.V., Murzin D. Hydrogenation of vegetable oils over Pd on nanocomposite carbon catalysts, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **2008**, 47.19, 7219-7225. <https://doi.org/10.1021/ie800663j>
20. Milano-Brusco J.S., Schomäcker R. Catalytic hydrogenations in microemulsion systems with Rh-TPPTS: Partial hydrogenation of sunflower oil, *Cat. Lett.*, **2009**, 133, 273-279. <https://doi.org/10.1007/s10562-009-0187-5>
21. Thunyaratchatanon C., Jitjamnong J., Luengnaruemitchai A., Numwong N., Chollacoop N., Yoshimura Y. Influence of Mg modifier on cis-trans selectivity in partial hydrogenation of biodiesel using different metal types, *Appl. Cat. A.*, **2016**, 520,170-177. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2016.04.019>
22. McArdle S., Leahy J.J., Curtin T., Tanner D. Hydrogenation of sunflower oil over Pt–Ni bimetallic supported catalysts: preparation, characterization and catalytic activity, *Appl. Cat. A.*, **2014**, 474, 78-86. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2013.08.033>
23. Chu Y.H., Lin L.H. An evaluation of commercial nickel catalysts during hydrogenation of soybean oil, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **1991**, 68, 680-683. <https://doi.org/10.1007/BF02662296>
24. Babae Z., Nikoopour H., Safaar H. A comparison of commercial nickel catalysts effect on hydrogenation of soybean oil, *World Appl. Sci. J.*, **2007**, 2, 621-626. ISSN: 1818-4952.
25. List G. R., Jackson M., Eller F., Adlof R. O. Low trans spread and shortening oils via hydrogenation of soybean oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, **2007**, 84(6), 609-612.
26. Mena F., Mena A., Tréton J., Mena B. Technological approaches to minimize industrial trans fatty acids in foods, *J. Food Sci.*, **2013**, 78, 377-386. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.12055>
27. Mozaffarian D., Katan M.B., Ascherio A., Stampfer M.J., Willett W.C. Trans fatty acids and cardiovascular disease, *N. Engl. J. Med.*, **2006**, 354, 1601-1613. <https://doi.org/10.1056/NEJMra054035>
28. Smith B.K., Robinson L.E., Nam R., Ma D.W. Trans-fatty acids and cancer: a mini-review // *British journal of nutrition*, *Br. J. Nutr.*, **2009**, 102, 1254-1266. <https://doi.org/10.1017/S0007114509991437>
29. Salmeron J., Hu F.B., Manson J.E., Stampfer M.J., Colditz G.A., Rimm E.B., Willett W.C. Dietary fat intake and risk of type 2 diabetes in women, *Am. J. Clin. Nutr.*, **2001**, 73, 1019-1026. <https://doi.org/10.1093/ajcn/73.6.1019>
30. Oteng A.B., Kersten S. Mechanisms of action of trans fatty acids, *Adv. Nutr.*, **2020**, 11, 697-708. <https://doi.org/10.1093/advances/nmz125>
31. Bray G.A., Lovejoy J.C., Smith S.R., DeLany J.P., Lefevre M., Hwang D., York D.A. The influence of different fats and fatty acids on obesity, insulin resistance and inflammation, *J. Nutr.*, **2002**, 132, 2488-2491. <https://doi.org/10.1093/jn/132.9.2488>
32. Dai Y., Rozema E., Verpoorte R., Choi Y.H. Application of natural deep eutectic solvents to the extraction of anthocyanins from *Catharanthus roseus* with high extractability and stability replacing conventional organic solvents. *Journal of Chromatography A*, **2016**, 1434, 50-56.
33. Bajkacz S., Adamek J. Development of a method based on natural deep eutectic solvents for extraction of flavonoids from food samples. *Food analytical methods*, **2018**, 11(5), 1330-1344.
34. Aroso I. M., Paiva A., Reis R. L., & Duarte A. R. C. (2017). Natural deep eutectic solvents from choline chloride and betaine–Physicochemical properties. *Journal of Molecular Liquids*, **2017**, 241, 654-661.
35. Yang T. X., Zhao L. Q., Wang J., Song G. L., Liu H. M., Cheng H., Yang Z. Improving whole-cell biocatalysis by addition of deep eutectic solvents and natural deep eutectic solvents. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, **2017**, 5(7), 5713-5722.

SYNTHESIS AND CHEMICAL MODIFICATION OF NEW HYDROXYBEZALDEHYDE DERIVATIVES

Ye.S. Sycheva*, M.S. Mukanova

¹A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences JSC, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: yelena-sycheva@yandex.kz

Abstract. *Introduction.* A high pharmacological ability of aromatic benzaldehydes makes them important intermediates for the synthesis of medicinal preparations, such as anticancer, bactericidal, antifungal, and herbicidal drugs. *The purpose of this work* is the synthesis of biologically active compounds, based on 4-hydroxybenzaldehyde and 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde and the establishment of the structure of the synthesized compounds. *Results and discussion.* New carbonodithioates, based on O-aromatic systems have been synthesized by the interaction of 4-hydroxybenzaldehyde and 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde with carbon disulfide in the presence of sodium hydroxide in ethanol at the room temperature. As a result of the reactions, sodium O-(4-formylphenyl)carbodithioate (86 %) and sodium O-(4-formyl-2-methoxyphenyl)carbodithioate (80%) have been isolated. The interaction of sodium xanthates with acid chlorides (4-methoxy-, 4-nitro-, 2,4-dinitrobenzoic) in chloroform has led to the formation of aromatic thioanhydrides of carbonodithioic acids in 55-80 % yields. The reactivity of hydroxybenzaldehydes and their dithiocarboxylic derivatives has been studied in the propargylation reaction. Propargylation of 4-hydroxybenzaldehyde and 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde has been carried out with propargyl bromide in the presence of a 3-fold excess of K₂CO₃ in acetone at the temperature of 60°C. The propargylation reaction of sodium xanthate has been carried out with propargyl bromide in acetone at the room temperature. *Conclusion.* As a result of the reactions, carbonodithioates, thioanhydrides, acetylenic and thioacetylenic ethers have been synthesized based, on O-aromatic systems (4-hydroxybenzaldehyde and 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde). The structure of the synthesized compounds has been established on the basis of elemental analysis data, IR spectra, ¹H and ¹³C NMR spectroscopy.

Key words: sodium xanthates, thioanhydrides, propargylation, acetylenic and thioacetylenic ethers

Sycheva Yelena Sergeevna

Candidate of Chemical Sciences.

E-mail: yelena-sycheva@yandex.kz

Mukanova Meruyert Sissenbekovna

Candidate of Chemical Sciences.

E-mail: chem_mukan@mail.ru

Citation: Sycheva Ye.S. Mukanova M.S. Synthesis and chemical modification of new hydroxybenzaldehyde derivatives. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 3(83), 127-136. DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-3.2710-1185.34>

1. Introduction

Derivatives of aromatic aldehydes and their analogues are widely used in the food, perfumery and pharmaceutical industries as a denaturant, flavoring agent and perfume [1], in the chemical industry for the production of dyes.

Due to their chemotherapeutic potential and low toxicity, benzaldehyde derivatives exhibit an antitumor activity [2-5]. 3,4-Dihydroxybenzaldehyde protect human blood cells from oxidative damage, caused by Cr(VI), and also improve the antioxidant capacity of erythrocytes and restore the activity of the major antioxidant, metabolic and membrane-bound enzymes [6].

An extract from the medicinal plant *Gastrodia elata*. (Tianma), which contains 4-hydroxybenzaldehyde (4-HBA), is used to treat kidney diseases, neuralgia, and nervous disorders [7]. 4-HBA is an active candidate for improving insulin resistance and cholinesterase inhibition and may become a new therapeutic agent for the treatment of acute wounds [8].

Despite their fungistatic and antibacterial activity, benzaldehyde derivatives also show high activity against pathogenic microorganisms. [9-11].

Thus, the published data on the biological activity of aromatic benzaldehydes and their derivatives allow us to unequivocally conclude that interest in this class of compounds still remains unchanged.

2. Experimental part

The progress of the reactions and the purity of the products were monitored by thin-layer chromatography on Silufol UV-254 plates with the display of spots of the compounds with iodine vapor, eluent (H₂O), benzene and acetone/hexane (1/3, 1/1). The IR spectra were recorded on a Nicolet 5700 spectrometer in tablets with KBr. The melting points of the compounds were determined on a Hanon MP450 instrument. The ¹H and ¹³C NMR spectra of the compounds were recorded on a JNM-ECA 400 spectrometer (Jeol) with the operating frequency of 400 (¹H) and 100 MHz (¹³C) of the deuterated DMSO-*d*₆ solution. The elemental analysis was carried out on a Rapid Micro N Cube elemental analyzer (Elementar, Germany, 2015).

Sodium O-(4-formylphenyl)carbonodithioate (3). To a solution of 3.0 g (0.004 mol) of 4-hydroxybenzaldehyde in 15 ml of alcohol was added a solution of 1.59 g (0.004 mol) of sodium hydroxide in 5 ml of distilled water. Then, a solution of 3.11 g (0.004 mol) of carbon disulfide was added dropwise and stirred at the room temperature. After the complete dropping of carbon disulfide, the reaction mixture was stirred at the room temperature for four hours. The solvent was distilled off in a water-jet pump vacuum, the solid residue was purified by the recrystallization from acetonitrile. Yield 7.75 g (86%), R_f 0.89 (H₂O), m.p. 302°C. Found, %: C 43.79; H 2.37; S 29.28. C₈H₅NaO₂S₂. Calculated, %: C 43.63; H 2.29; S 29.12. IR spectra (KBr), ν, cm⁻¹: 1159 (C=S), 611 (C-S), 1678 (C=O) и 3412, 1500, 1303, 1107, 848, 509 (Ph).

Sodium O-(4-formyl-2-methoxyphenyl)carbonodithioate (4) was synthesized in a similar way. Yield 3.40 g (69%), R_f 0.7 (H₂O), m.p. above 350°C. Found, %:

C 43.79; H 2.37; S 29.28. $C_9H_7NaO_3S_2$. Calculated, %: C 43.19; H 2.82; S 25.62. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 613 (C–S), 1023 (C=S), 2851 (OCH₃), 1649 (C=O) и 3412, 1501, 1318, 1120, 872, 775 (Ph). NMR ¹H spectra (DMSO-*d*₆), δ , ppm: 3.47 (s, 3H, CH₃); 6.10 (s, 1H, Ph); 6.82 (d, 1H, Ph); 6.95 (d, 1H, Ph); 9.10 (s, 1H, HCO). NMR ¹³C spectra (DMSO-*d*₆), δ , ppm: 54.9 (OCH₃); 107.5; 117.7, 118.5, 131.1, 150.5, 151.6 (Ph), 170.4 (C=O); 187.1 (C=S).

4-Methoxybenzoic (*O*-(4-formyl-2-methoxyphenyl)carbonothioic) thioanhydride (5). A solution of 1.36 g (0.008 mol) of 4-methoxybenzoyl chloride was added dropwise to a solution of 2 g (0.0085 mol) sodium *O*-(4-formyl-2-methoxyphenyl) carbonodithioate in 25 ml of chloroform with stirring. The mixture was stirred at room temperature of 22 °C for two hours. The solvent was distilled off in a water-jet pump vacuum, the product was isolated by recrystallization from hexane. Yield 2.31 g (80%), *R*_f 0.88 (acetone/hexane, 1/3), m.p. 122°C. Found, %: C 56.47; H 3.98; S 17.57. $C_{17}H_{14}O_5S_2$. Calculated, %: C 56.34; H 3.89; S 17.69. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 677 (C–S), 1023 (C=S), 1678 (C=O), 2851 (OCH₃). NMR ¹H spectra (DMSO-*d*₆), δ , ppm: 3.74 (s, 6H, OCH₃); 6.85 (s, 1H, Ph); 7.00 (d, 2H, Ph); 7.27 (d, 1H, Ph); 7.52 (d, 1H, Ph); 7.96 (d, 2H, Ph); 9.88 (s, 1H, HCO). NMR ¹³C spectra (DMSO-*d*₆), δ , ppm: 56.0, 56.4 (OCH₃); 112.4, 114.7; 120.7, 126.4, 129.2, 132.6, 135.5, 152.2, 153.4, 164.3 (Ph), 191.3, 192.4 (C=O); 198.3 (C=S).

4-Nitrobenzoic (*O*-(4-formyl-2-methoxyphenyl)carbonothioic) thioanhydride (6) was synthesized in a similar way. Yield 1.25 g (55%), m.p. 184°C. Found, %: C 51.07; H 2.85; N 3.83; S 17.11. $C_{16}H_{11}NO_6S_2$. Calculated, %: C 50.92; H 2.94; N 3.71; S 16.99. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 711 (C–S), 1084 (C=S), 1698, 1746 (C=O), 2851 (OCH₃), 3290 (NO₂). NMR ¹H spectra (DMSO-*d*₆), δ , ppm: 3.82 (s, 3H, OCH₃); 7.52 (s, 1H, Ph); 7.61 (d, 1H, Ph); 8.33 (d, 1H, Ph); 9.96 (s, 1H, HCO). NMR ¹³C spectra (DMSO-*d*₆), δ , ppm: 56.6 (OCH₃); 112.7, 123.7; 124.6, 131.9, 134.1, 136.0, 144.3, 151.3, 151.9 (Ph), 162.7 (C=O); 192.5 (C=S).

3,5-Dinitrobenzoic (*O*-(4-formyl-2-methoxyphenyl)carbonothioic) thioanhydride (7) was synthesized in a similar way. Yield 1.64 g (64%), m.p. 129°C. Found, %: C 45.67; H 2.55; N 6.73; S 15.01. $C_{16}H_{10}N_2O_8S_2$. Calculated, %: C 45.50; H 2.39; N 6.63; S 15.18. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 726 (C–S), 1029 (C=S), 1698, 1745 (C=O), 2852 (OCH₃), 3295 (NO₂). NMR ¹H spectra (DMSO-*d*₆), δ , ppm: 3.84 (s, 3H, OCH₃); 7.55-7.63 (m, 3H, Ph); 8.85 (s, 1H, Ph); 9.03 (s, 1H, Ph), 9.08 (s, 1H, Ph); 9.97 (s, 1H, HCO). NMR ¹³C spectra (DMSO-*d*₆), δ , ppm: 56.7 (OCH₃); 112.8, 123.8; 129.9, 131.6, 136.2, 144.0, 149.1, 151.8 (Ph), 161.0 (C=O); 192.4 (C=S).

3,5-Dinitrobenzoic *O*-(4-formylphenyl)carbonothioic) thioanhydride (8) was synthesized in a similar way. Yield 2.75 g (77%), *R*_f 0.89 (acetone/hexane, 1/3), m.p. 145°C. Found, %: C 46.07; H 2.18; N 7.28; S 16.25. $C_{15}H_8N_2O_7S_2$. Calculated, %: C 45.92; H 2.06; N 7.14; S 16.34. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 698 (C–S), 1080 (C=S), 1685, 1747 (C=O), 3287 (NO₂). NMR ¹H spectra (DMSO-*d*₆), δ , ppm: 7.56 (d, 2H, Ph); 7.99 (d, 2H, Ph); 9.03 (d, 1H, Ph), 9.68 (s, 1H, Ph);

9.96 (s, 1H, HCO). NMR ^{13}C spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 116.2, 123.1, 129.9, 131.7, 132.5, 134.9, 148.8, 155.0 (Ph), 161.6, 163.7 (C=O); 192.5 (C=S).

4-(Prop-2-yn-1-yloxy)benzaldehyde (9). To a mixture of 16 g (0.1157 mol) of potash in 50 ml of acetone was added 5.0 g (0.040 mol) of 4-hydroxybenzaldehyde. Then, a solution of 4.7 g (0.040 mol) of propargyl bromide in 10 ml of acetone was added dropwise to the mixture with stirring and heating to 50°C, and the mixture was stirred for 8 h. The reaction mixture was concentrated, and the residue was washed with hexane. Yield 3.6 g (55%), R_f 0.51 (benzene), m.p. 82 °C. Found, %: C 75.09; H 5.15. $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}_2$. Calculated, %: C 74.99; H 5.03. IR spectra, ν , cm^{-1} : 1678 (C=O), 2121 (C=C), 3205 ($\equiv\text{C-H}$). NMR ^1H spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 2.55 (t, 1H, $\equiv\text{CH}$); 4.67 (s, 2H, OCH_2); 6.99 (d, 2H, Ph); 7.75 (d, 2H, Ph); 9.78 (s, 1H, HCO). NMR ^{13}C spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 56.0 (OCH_2); 76.7, 77.6 (C $\equiv\text{C}$); 115.1, 130.5, 131.9, 162.3 (Ph), 190.8 (C=O).

3-Methoxy-4-(prop-2-yn-1-yloxy)benzaldehyde (10) was synthesized in a similar way. Yield 3.61 g (58%), R_f 0.72 (acetone/hexane, 1/1), m.p. 86°C. Found, %: C 69.57; H 5.43. $\text{C}_{11}\text{H}_{10}\text{O}_3$. Calculated, %: C 69.46; H 5.30. IR spectra, ν , cm^{-1} : 1685 (C=O), 2125 (C=C), 3244 ($\equiv\text{CH}$). NMR ^1H spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 2.49 (t, 1H, $\equiv\text{CH}$); 3.56 (s, 3H, OCH_3); 4.58 (s, 2H, OCH_2); 6.75 (s, 1H, Ph); 6.87 (d, 1H, Ph); 7.15 (d, 1H, Ph); 9.54 (s, 1H, HCO). NMR ^{13}C spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 56.3 (OCH_3); 57.1 (OCH_2); 76.1, 78.7 (C $\equiv\text{C}$); 109.3; 112.3; 126.0; 130.5; 149.7; 151.9 (Ph), 190.9 (C=O).

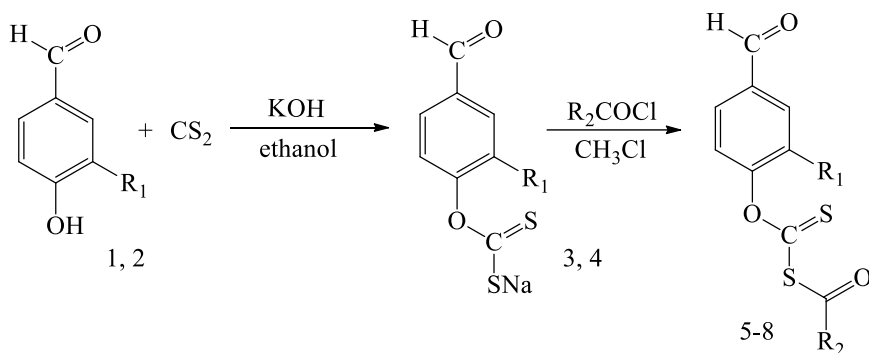
O-(4-Formylphenyl)-S-prop-2-yn-1-yl carbonodithioate (11). A solution of 2.1 g (0.018 mol) of propargyl bromide in 5 ml of acetone was added dropwise to a solution of 4 g (0.018 mol) sodium O-(4-formylphenyl)carbonodithioate in 25 ml of acetone at the temperature of $\sim 20^\circ\text{C}$ and stirred for 4 h. The reaction mixture was concentrated and the residue was washed with hexane. Yield 2.75 g (65%), R_f 0.87 (acetone/hexane, 1/3), m.p. 67.7°C. Found, %: C 56.07; H 3.53; S 27.25. $\text{C}_{11}\text{H}_8\text{O}_2\text{S}_2$. Calculated, %: C 55.91; H 3.41; S 27.14. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 605 (C-S), 1006 (C=S), 1678 (C=O), 2121 (C=C), 3205 ($\equiv\text{CH}$). NMR ^1H spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 2.54 (t, 1H, $\equiv\text{CH}$); 4.67 (s, 2H, SCH_2); 6.98 (d, 2H, Ph); 7.74 (d, 2H, Ph); 9.77 (s, 1H, HCO). NMR ^{13}C spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 27.4 (SCH_2); 76.7, 78.6 (C $\equiv\text{C}$); 115.1, 130.5, 131.9, 152.1 (Ph), 162.3 (C=O); 191.0 (C=S).

O-(4-Formyl-2-methoxyphenyl)-S-prop-2-yn-1-yl carbonodithioate (12) was synthesized in a similar way. Yield 3.25 g (76%), R_f 0.85 (acetone/hexane, 1/3). Found, %: C 54.21; H 3.63; S 24.21. $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{S}_2$. Calculated, %: C 54.12; H 3.78; S 24.08. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 655 (C-S), 1029 (C=S), 1666 (C=O), 2120 (C=C), 3244 ($\equiv\text{CH}$). NMR ^1H spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 2.52 (t, 1H, $\equiv\text{CH}$); 3.72 (s, 3H, OCH_3); 4.67 (s, 2H, SCH_2); 6.95 (s, 1H, Ph); 7.19 (d, 1H, Ph); 7.28 (d, 1H, Ph); 9.69 (s, 1H, HCO). NMR ^{13}C spectra (DMSO- d_6), δ , ppm: 27.5 (SCH_2); 56.0 (OCH_3); 76.2, 78.7 (C $\equiv\text{C}$); 111.3; 112.3; 126.1; 130.7; 149.8; 152.0 (Ph), 162.2 (C=O); 190.9 (C=S).

3. Results and discussion

In order to synthesize new biologically active substances among the organosulfur compounds, the conditions for the synthesis of aromatic benzaldehyde xanthogenates and their derivatives: thioanhydrides and thioacetylene ethers have been developed. Benzaldehydes: 4-hydroxybenzaldehyde and 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde have been taken as initial substrates.

The reaction of the interaction of equimolar amounts of benzaldehydes (4-hydroxybenzaldehyde and 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde) with carbon disulfide has been carried out in the presence of sodium hydroxide in ethanol at the temperature of 22°C. The isolation of the synthesized xanthates from the reaction mixture has been carried out by the recrystallization from acetonitrile. As a result, sodium O-(4-formylphenyl)carbonodithioate 3 and sodium O-(4-formyl-2-methoxyphenyl)carbonodithioate 4 have been synthesized in 86 and 80% yield, respectively.



1, 3: R₁ = H; 2, 4: R₁ = OCH₃.

5: R₁ = OCH₃; R₂ = 4-MetC₆H₄; 6: R₁ = OCH₃; R₂ = 4-NO₂C₆H₄;

7: R₁ = OCH₃; R₂ = 2,4-(NO₂)₂C₆H₃; 8: R₁ = H; R₂ = 2,4-(NO₂)₂C₆H₃.

Acylation of xanthates has been carried out by the interaction of sodium O-(4-formylphenyl)carbonodithioate 3 and sodium O-(4-formyl-2-methoxyphenyl)carbonodithioate 4 with acid chlorides (4-methoxy-, 4-nitro-, 2,4-dinitrobenzoic) in chloroform at the temperature of 25°C for 3 hours. As a result of the isolation from the reaction mixtures, thioanhydrides 5-8 have been obtained individually in 55-80% yields, respectively.

The composition and identity of the synthesized compounds 3-8 have been confirmed by the elemental analysis, TLC, IR-, ¹H and ¹³C NMR spectroscopy.

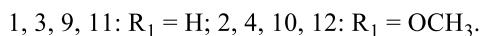
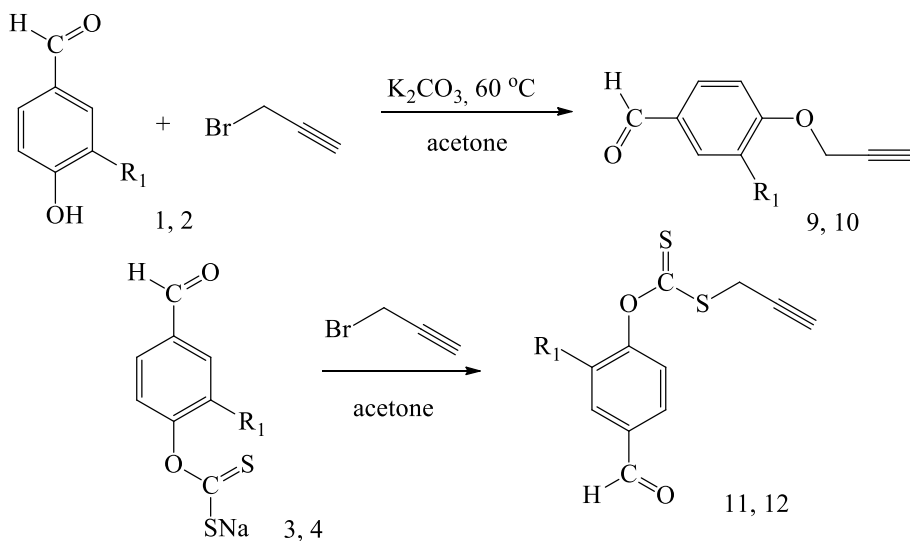
In the IR spectra of compounds 5-8, absorption bands of stretching vibrations of the C=S group are observed in the region of 1029-1084 cm⁻¹. Stretching vibrations of the C-S bond are present in the region of 677-726 cm⁻¹. As well as the presence of intense absorption bands of the C=O group in the region of 1678-1747 cm⁻¹.

In the ^1H NMR spectra of thioanhydrides 5-8, protons of the phenyl groups are located in the low field region at δ 6.85-9.68 ppm. The aldehyde proton appeared as a one-proton singlet at δ 9.88-9.97 ppm. The protons of the $-\text{OCH}_3$ methoxy group of compounds 5-7 have appeared as a singlet in the region of δ 3.74-3.84 ppm.

The ^{13}C NMR spectrum data also confirm the structure of compounds 5-8. The signals of the carbon atom of the $\text{C}=\text{O}$ and $\text{C}=\text{S}$ groups appear in the low field region δ 161.0-192.4 ppm and 192.5-198.3 ppm.

In order to study the reactivity of benzaldehydes and their dithiocarbamine derivatives, as well as the synthesis of thioacetylenic ethers, the propargylation reaction of 4-hydroxybenzaldehyde 1 and 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde 2, sodium O-(4-formylphenyl)carbonodithioate 3 and sodium O-(4-formyl-2-methoxyphenyl) carbonodithioate 4 has been investigated.

The synthesis has been carried out by the interaction of 4-hydroxybenzaldehyde 1 and 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde 2 with propargyl bromide in the presence of a threefold excess of K_2CO_3 in acetone at the temperature of 60°C . Whereas the propargylation of xanthates sodium O-(4-formylphenyl)carbonodithioate 3 and sodium O-(4-formyl-2-methoxyphenyl)carbonodithioate 4 has been carried out at the room temperature.



After processing the reaction mixtures, acetylenic and thioacetylenic derivatives 9-12 have been isolated with the corresponding yields of 59-90 %.

The structure of the synthesized compounds 9-12 has been established, based on the IR, ^1H and ^{13}C NMR spectroscopy data.

The IR spectra of compounds 9-12 show the absorption bands of stretching vibrations of $\text{C}\equiv\text{CH}$ bond in the region of $3205\text{-}3244\text{ cm}^{-1}$ and $\text{C}\equiv\text{C}$ bond in the region of $2120\text{-}2125\text{ cm}^{-1}$. There are intense absorption bands of the $\text{C}=\text{S}$ group in the region of 1006 and 1029 cm^{-1} , as well as stretching vibrations of the $\text{C}-\text{S}$ bond in the region of 605 and 655 cm^{-1} in the IR spectra of compounds 9, 10.

The ^1H NMR spectra of the compounds 9-12 have contained the following characteristic signals: triplet of acetylene proton at δ 2.49-2.55 ppm, doublet of protons of the O-methylene (S-methylene) groups at δ 4.67 and 4.58 ppm (δ 4.67 ppm). The chemical shifts of the protons of the Ph group are located in the weak field region at δ 6.75-7.75 ppm. The mobile hydrogen atom at the aldehyde group appears in the weak field region at δ 9.54-9.78 ppm. The ^1H NMR of compounds 10, 12 have contained the resonance signal of the methoxy group in a singlet at δ 3.72 and 3.56 ppm corresponding to three protons.

The ^{13}C NMR spectrums of the compounds 9-12 have the following characteristic chemical shifts: signals of O-methylene carbon atoms appear at δ 56.0 and 57.1 ppm and S-methylene carbon atoms at δ 27.4 and 23.5 ppm, acetylene carbon atoms give resonance signals at δ 76.1-76.7 ppm and 77.6-78.7 ppm. In the ^{13}C NMR spectrums of the compounds 10 and 12, the signals of the methoxy carbon atom are observed at δ 56.3 and 56.0 ppm. The signals of the aromatic carbon atoms are located in the downfield part of the spectrum at δ 109.3-162.3 ppm. The signal of the carbon atom of the $\text{C}=\text{O}$ group appears in the low field region at δ 162.3-190.9 ppm. In the ^{13}C NMR spectra of the compounds 11 and 12, the carbon atom of the $\text{C}=\text{S}$ bond resonates as a singlet in the region of δ 191.0 and 190.9 ppm.

4. Conclusion

New 4-hydroxybenzaldehyde and 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde derivatives: carbonodithioates, thioanhydrides, acetylenic and thioacetylenic ethers have been synthesized. Aromatic thioanhydrides of carbonodithioic acids have been synthesized by the reaction of acylation of hydroxybenzaldehyde xanthates. The propargylation reaction of benzaldehydes and their sodium xanthates has been studied. It has been established that the propargylation of sodium O-(4-formylphenyl)carbonodithioate and sodium O-(4-formyl-2-methoxyphenyl)carbonodithioate proceeds more easily and in higher yields as compared with the initial hydroxybenzaldehydes.

Acknowledgments: This work was funded by the Committee of Science of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. BR18574042, "Innovative methods of synthesis and technologies for obtaining functional inorganic and organic substances and materials from natural and technogenic raw materials").

Conflict of Interest: All authors declare that they have no conflict of interest.

ГИДРОКСИБЕЗАЛЬДЕГИДТІҢ ЖАҢА ТУЫНДЫЛАРЫН СИНТЕЗДЕУ ЖӘНЕ ХИМИЯЛЫҚ ТҮРЛЕНДІРУ**Е.С. Сычева*, М.С. Муканова***Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты,**Алматы, Қазақстан***E-mail: yelena-sycheva@yandex.kz*

Түйіндемe. *Кіріспе.* Ароматикалық бензальдегидтердің жоғары фармакологиялық қасиеті оларды қатерлі ісікке қарсы, бактерицидтік, саңырауқұлаққа қарсы және гербицидтік препараттар сияқты дәрілік заттарды синтездеу үшін маңызды интермедиаттарға айналдырады. Жұмыстың *мақсаты* 4-гидроксибензальдегид пен 4-гидрокси-3-метоксибензальдегид негізінде биологиялық белсенді қосылыстарды синтездеу және синтезделген қосылыстардың құрылымын анықтау. *Нәтижелер және талқылау.* Жаңа карбондифитоат о-ароматты жүйелер негізінде, бөлме температурасында этанол ортасында натрий гидроксиді қатысында 4-гидроксибензальдегид пен 4-гидрокси-3-метоксибензальдегидтің күкіртті көміртегімен әрекеттесуі арқылы синтезделді. Реакция нәтижесінде натрий О-(4-формилфенил) карбодифитоаты (86%) және натрий О-(4-формил-2-метоксифенил) карбодифитоаты (80%) бөлініп алынды. Хлороформ ортасында натрий ксантогенаттарының хлорангидридтермен (4-метокси-, 4-нитро-, 2,4-динитробензой) өзара әрекеттесуі 55-80% өнімділікпен карбондифито кышкылдарының ароматикалық тиоангидридтерінің түзілуіне әкелді. Гидроксибензальдегидтердің және олардың дитиокарбон туындыларының пропаргилдеу реакциясындағы реактивтілік қабілеті зерттелді. 4-гидроксибензальдегидті, 4-гидрокси-3-метоксибензальдегидті пропаргилдеу 60 °С температурада ацетон ортасында K_2CO_3 3 есе артық қатысуымен бромды пропаргилмен жүргізілді. Натрий ксантогенаттарының пропаргилдеу реакциясы бөлме температурасында ацетон ортасында бромды пропаргилмен жүргізілді. *Қорытынды.* Реакция нәтижесінде О-ароматты жүйелер (4-гидроксибензальдегид және 4-гидрокси-3-метоксибензальдегид) негізінде карбондифитоаттар, тиоангидридтер, ацетилен және тиоацетилен эфирлері синтезделді. Синтезделген қосылыстардың құрылымы элементтік талдау, ИҚ спектрлері, 1H және ^{13}C ЯМР спектроскопиясы негізінде анықталды.

Түйін сөздер: натрий ксантогенаты, тиоангидридтер, пропаргилдеу, ацетиленді және тиоацетиленді эфирлер

*Сычева Елена Сергеевна**Химия ғылымдарының кандидаты*

*Муканова Меруерт Сисенбековна**Химия ғылымдарының кандидаты*

СИНТЕЗ И ХИМИЧЕСКАЯ МОДИФИКАЦИЯ НОВЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ГИДРОКСИБЕНЗАЛЬДЕГИДОВ**Е.С. Сычева*, М.С. Муканова***Институт химических наук имени А.Б. Бектұрова, Алматы, Казахстан***E-mail: yelena-sycheva@yandex.kz*

Резюме. *Введение.* Высокая фармакологическая способность ароматических бензальдегидов делает их важными интермедиатами для синтеза лекарственных средств, например, противораковых, бактерицидных, противогрибковых и гербицидных препаратов. *Целью данной работы* является синтез биологически активных соединений на основе 4-гидроксибензальдегида и 4-гидрокси-3-метоксибензальдегида, и установление строения синтезированных соединений. *Результаты и обсуждение.* Синтезированы новые карбондифитоаты на основе О-ароматических системах, взаимодействием 4-гидроксибензальдегида и 4-гидрокси-3-метоксибензальдегида с сероуглеродом в присутствии гидроксида натрия в среде этанола при комнатной температуре. В результате реакций выделены О-(4-формилфенил)карбодифитоат натрия (86%) и О-(4-формил-2-

метоксифенил)карбодитиоат натрия (80%). Взаимодействие ксантогенатов натрия с хлорангидридами (4-метокси-, 4-нитро-, 2,4-динитробензойный) в среде хлороформа приводило к образованию ароматических тиоангидридов карбодитиоэвых кислот с выходами 55-80%. Изучена реакционная способность гидроксibenзальдегидов и их дитиокарбонных производных в реакции пропаргилирования. Пропаргилирование 4-гидроксibenзальдегида, 4-гидрокси-3-метоксibenзальдегида проводили бромистым пропаргилом в присутствии 3-х кратного избытка K_2CO_3 в среде ацетона при температуре 60 °С. Реакцию пропаргилирования ксантогенатов натрия проводили бромистым пропаргилом в среде ацетона при комнатной температуре. *Заключение.* В результате реакций синтезированы карбодитиоаты, тиоангидриды, ацетиленовые и тиоацетиленовые эфиры на основе О-ароматических систем (4-гидроксibenзальдегида и 4-гидрокси-3-метоксibenзальдегида). Строение синтезированных соединений установлено на основании данных элементного анализа, ИК спектров, спектроскопии ЯМР 1H и ^{13}C .

Ключевые слова: ксантогенаты натрия, тиоангидриды, пропаргилирование, ацетиленовые и тиоацетиленовые эфиры

Сычева Елена Сергеевна

Кандидат химических наук

Муканова Меруерт Сисенбековна

Кандидат химических наук

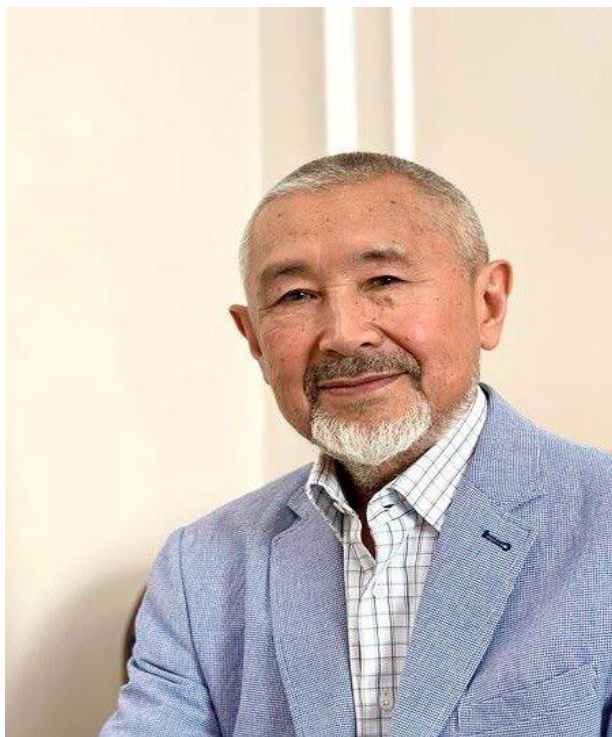
References

1. Andersen A. Final report on the safety assessment of benzaldehyde. *Int. J. Toxicol.* **2006**, 25, Supp 1, 111-127. DOI: <https://doi.org/10.1080/10915810600716612>
2. Ibrahim A.I.M., Ikhmais B., Batlle E., AbuHarb W.K., Jha V., Jaradat K.T., Jiménez R., Pequerul R. Parés X., Farrés J. Design, Synthesis, Biological Evaluation and In Silico Study of Benzylxybenzaldehyde Derivatives as Selective ALDH1A3 Inhibitors. *Molecules.* **2021**, 26, 5770. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules26195770>
3. Costa D.S.S., Martino T., Magalhães F.C., Justo G., Coelho M.G.P., Barcellos J.C.F., Moura V.B., Costa P. R.R., Sabino K.C.C., Dias A.G. Synthesis of N-methylarylnitrones derived from alkyloxybenzaldehydes and antineoplastic effect on human cancer cell lines. *Bioorg. Med. Chem.* **2015**, 23, No.9, 2053-2061. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.bmc.2015.03.014>
4. Huang S., Zhu F., Xiao Q., Zhou Q., Su, W., Qiu H., Huang C. Combined spectroscopy and cyclic voltammetry investigates the interaction between [(η⁶-p-cymene)Ru(benzaldehyde-N(4)-phenylthiosemicarbazone)Cl]Cl anticancer drug and human serum albumin. *RSC Adv.*, **2014**, 4, 36286-36300. DOI: <https://doi.org/10.1039/c4ra06083k>
5. Ali O.M., Alotaibi M.T., Zaki Y.H., Amer H.H. Design, Synthesis, and Spectroscopic Studies of Some New α-Aminophosphonate Analogues Derived from 4-Hydroxybenzaldehyde with Special Reference to Anticancer Activity. *Drug Des. Devel. Ther.* **2022**, 16, 2589-2599. DOI: <https://doi.org/10.2147/DDDT.S357998>
6. Husain N., Mahmood R. 3,4-Dihydroxybenzaldehyde quenches ROS and RNS and protects human blood cells from Cr(VI)-induced cytotoxicity and genotoxicity. *Toxicol. In Vitro.* **2018**, 50, 293-304. DOI: [10.1016/j.tiv.2018.04.004](https://doi.org/10.1016/j.tiv.2018.04.004)
7. Manavalan A., Ramachandran U., Sundaramurthi H., Mishra M., Sze S.K., Hu J.M., Feng Z.W., Heese K. *Gastrodia elata* Blume (tianma) mobilizes neuro-protective capacities. *Int. J. Biochem. Mol. Biol.* **2012**, 3, No.2, 219-241.
8. Kang C.W., Han Y.E., Kim J., Oh J.H., Cho Y.H., Lee E.J. 4-Hydroxybenzaldehyde accelerates acute wound healing through activation of focal adhesion signalling in keratinocytes. *Sci. Rep.* **2017**, 7, 14192. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-017-14368-y>
9. Kratky M., Vinsova J., Volkova M., Buchta V., Trejtnar F., Stolarikova J. Antimicrobial activity of sulfonamides containing 5-chloro-2-hydroxybenzaldehyde and 5-chloro-2-hydroxybenzoic acid scaffold. *Eur. J. Med. Chem.* **2012**, 50, 433-440. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ejmech.2012.01.060>

10. Anitha C., Sheela C.D., Tharmaraj P., Sumathi S. Spectroscopic studies and biological evaluation of some transition metal complexes of azo Schiff-base ligand derived from (1-phenyl-2,3-dimethyl-4-aminopyrazol-5-one) and 5-((4-chlorophenyl)diazonyl)-2-hydroxybenzaldehyde. *Spectrochim. Acta Part A: Mol. Biomol. Spectrosc.* **2012**, *96*, 493-500. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.saa.2012.05.053>

11. Heras-Mozos R., Lopez-Carballo G., Hernandez R., Gavara R., Hernandez Munoz P. pH modulates antibacterial activity of hydroxybenzaldehyde derivatives immobilized in chitosan films via reversible Schiff bases and its application to preserve freshly-squeezed juice. *Food Chem.* **2023**, *403*, 134292. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.134292>

**Бейорганикалық синтез және материалдар
зертханасы меңгерушісі,
химия ғылымдарының докторы, профессор
Сұлтан Усманұлына
75 жас**



«Ә.Б. Бектұров атындағы Химия ғылымдары институты» Акционерлік қоғамының ұжымы сізді шын жүректен мерейтойыңызбен құттықтайды!

Сіз жарты ғасырдан астам уақыт бойы ғылыми-педагогикалық қызметпен айналысып, жас ұрпаққа мамандыққа деген сүйіспеншілік пен адалдықтың үлгісін көрсетіп келесіз. Терең білім, берік ұстаным, іскерлік қабілет және үлкен азаматтық қасиеттер Сізді қатардағы ғылыми қызметкерден белгілі де беделді Ғалым және ғылым қайраткері деңгейіне көтерді. Осы жылдарда бейорганикалық химия және технология саласын дамыту жолында аянбай еңбек етіп, минералды, био- және микробиотыңайтқыштарды, фито- және фитобиопрепараттарды алудың

физика-химиялық негіздерін қалыптастырып, тың ғылыми-техникалық жаңалықтарды өндіріске енгізуде озық ойлы, дарынды Ғалым екендігіңізге ғылыми қауымды куә еттіңіз.

Сіз Отанымыздың патриоты ретінде іргелі ғылым саласында қол жеткен нәтижелеріңізді ауыл шаруашылығына енгізу бағытында да айтарлықтай жұмыстар атқарып, еліміздің азық-түлік қауіпсіздігін қамтамасыз ету үшін елеулі үлес қосудасыз. Жұмысқа деген творчестволық көзқарасыңыз, ұшқыр ойлылығыңыз бен зерделілігіңіздің нәтижесі – ондаған монография, 100-ден аса авторлық куәлік пен патенттердің, 500-ден аса ғылыми мақалалардың жариялануы. Бұл жетістіктеріңіз Отанымыздың игілігіне қызмет етуде.

Сіз бүкіл саналы ғұмырыңызды химия ғылымын дамыту ісіне арнап, нағыз отаншылдық пен мақсаткерлік танытып, Қазақстанның жаңа толқыны үшін өнегеге айналдыңыз. Жас ғалымдар мен мамандар тәрбиелеу ісінде де үздік нәтижелерге қол жеткіздіңіз, соның бір айғағы Сіздің жетекшілігіңізбен 2 докторлық және 18 кандидаттық диссертацияның қорғалуы. Сондай-ақ, қоғамдық жұмыстарға да белсене араласып, әріптестеріңіздің арасында құрметке бөленіп келесіз.

Осындай еңбек пен тұрмыс тәрбиесі, жоғары жауапкершілік пен біліктілігіңіз, жеке басыңыздың кіршіксіздігі отбасыңыз үшін ғана емес, әріптестеріңіз үшін де зор мақтаныш, абырой, жас ұрпақ үшін нағыз өмір мектебі екендігі даусыз. Сізді өмірден тоқығаны мол, жаны жомарт, қамқор да талапшыл ғалым, атыңызға затыңыз сай ұлағатты ұстаз, кемел ойлы тұлға ретінде білеміз.

Сізге осындай мерейлі күні шын көңілімізбен зор денсаулық, қажымас қайрат, баянды бақыт, ұзақ ғұмыр тілейміз. Игі істеріңіздің қашанда оңға басуына, әр қадамыңыздың қарымды болуына, ел-қоғам алдында абыройыңыздың арта беруіне тілектестік білдіреміз.

*«Ә.Б. Бектұров атындағы
Химия ғылымдары институты» АҚ ұжымы.*



Биыл "Қазақстанның химия журналына" 20 жыл. Журналдың алғашқы шығарылымы 2003 жылдың қазанында жарық көрді. Журналдың негізін қалаған ҚР ҰҒА академигі, ғылым және техника саласындағы мемлекеттік сыйлықтың лауреаты, ғылымға еңбек сіңірген қайраткер, Қазақстан Республикасына еңбек сіңірген өнертапқышы, химия ғылымдарының докторы, профессор, ұстазымыз Е.Е. ЕРҒОЖИН. Құрылтайшысы - Еңбек Қызыл Ту орденді АҚ "Ә.Б. Бектұрова атындағы химия ғылымдары институты". Қазіргі таңда журналдың бас редакторы Еңбек Қызыл Ту орденді АҚ "А.Б. Бектұров атындағы Химия ғылымдары институты" Бас директоры, химия ғылымдарының кандидаты Х.С. Тасыбеков.

Осы қуанышты сәтте жылдар бойы үздіксіз атсалысқан авторларды, журнал үшін еңбек сіңірген ғалымдарымызға, рецензенттерге, "Ә.Б. Бектұрова атындағы химия ғылымдары институты" АҚ ұжымына алғыс айтамыз. Аспанымыз әрдайым ашық болып, бағындырар белестеріміз ұрнағымызға асыл мұра болып қала берсін. Еңбектеріңіз жемісті, адамзаттың өміріне аса қажетті, таптырмас ғылыми құндылықтар болып дами берсін. Жанұяларыңызға амандық, ғылымға деген құштарлықтарыңыз сіздерді армандаған мақсаттарыңызға жетелесін деген тілекпен, бізбен бірге 20 жыл болғандарыңызға рахмет. Үздік мақалалардың 3 тілде шығуын, мақсатымызға сай химияның әртүрлі салаларындағы ғалымдардың ғылыми зерттеулерін, жетістіктерін және соңғы жұмыстарын жариялауды жалғыстыра бермекпіз.

"Ә.Б. Бектұрова атындағы химия ғылымдары институты" АҚ, Редакция

МАЗМҰНЫ

<i>Б.Е. Орынбаев, М.Б. Жүрсімбаева, Н.Ж. Сейтқалиева, Қ.Ж. Әбдиев</i> N,N-диметил-N,N-диаллил аммоний хлоридінің N,N-диметилами-нопропил метакриламидпен сополимерінің флокуляциялық және биоцидтік қасиеттері.....	5
<i>М. Б. Умерзакова, Р.М. Исаков, Р. Б. Сариева, Ж.Н. Кайнарбаева, А.А. Еспенбетов</i> Алициклді сополиимид пен акриламидті акрил қышқылының сополимеріне негізделген композициялық материалдар.....	15
<i>Қ. Тоштай</i> Палладий және палладий-никель катализаторларында поли- α -олефин қосылыстарын гидрлеу.....	28
<i>К.А. Кадирбеков, Р.М. Чернякова, Р.Ә. Кайыңбаева, Г.Ш. Сұлтанбаева, Ө.Ж. Жүсіпбеков, Н.Н. Қожабекова</i> Қышқылдық әдіспен феррохром өндірісінің шлактарынан хромды бөліп алуды айқындау.....	37
<i>Г.Т. Ситпаева, А.А. Курмантаева, А.Х. Кенесбай</i> Газ хроматография – масс спектрометрия әдісімен <i>Cousinia mindschelkensis</i> B. Fedtsch. түрінің химиялық құрамын анықтау.....	60
<i>М.В. Красноперова, М.А. Севериненко, П.В. Харкин, О.С. Мильц, В.А. Макарова, Ж.Қ. Саналбай</i> Қазақстандағы ВВР-К реакторының бақылау аймағындағы өсімдіктердегі тритийді анықтау.....	70
<i>И.Н.Әнуарбекова, Е.С. Сычева, Д.Б. Маркина, М.С. Мұқанова</i> Жаңа морфолинқұрамдас тиоангидридтердің синтезі және биологиялық белсенділігі.....	81
<i>Г.К. Мукушева, А.Р.Жасымбекова, М.Р.Алиева, М.Ж.Кайырбаева¹, А.С. Мажитов</i> (s)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-нум йодидінің анальгетикалық белсенділігін зерттеу.....	90
<i>Ө.Ж. Жүсіпбеков, Г.О. Нұрғалиева, З.К. Баяхметова, Хамди Темел</i> Органоминералды композициялық материалдардың құрамы және қасиеттеріне химиялық түрлендірудің әсері.....	98
<i>Э.Н.Рамазанова, С. Ұсманов, Н.Н.Есеркеева, М. А. Жолмағанбетова, О.В.Мячина, Р.У.Махмұдов, Х. С.Ұсманов</i> Диметилолмочевина мен молибденнің фитокосылысы негізінде қос қосылыстың синтезі және оның кейбір топырақ микроорганизмдерінің көптігіне және азоттың жиналуына әсерін зерттеу.....	108
<i>Ж.А. Сайлау, Н.Ж. Алмас, К. П. Аймағанбетов, Б. А. Құрбанова, Қ. Тоштай, А.А. Алдонгаров</i> Никель катализаторларында күнбағыс майын гидрлеу процесін кванттық химиялық зерттеу.....	118
<i>Е.С. Сычева, М.С. Муқанова</i> Гидроксидбезальдегидтің жаңа туындыларын синтездеу және химиялық түрлендіру.....	127
<i>Құттықтаулар</i>	
<i>Профессор Сұлтан Ұсманұлына - 75 жас.....</i>	137
<i>"Қазақстанның химия журналына" 20 жыл.....</i>	139

СОДЕРЖАНИЕ

<i>Б.Е. Орынбаев, М.Б. Журсумбаева, Н.Ж. Сейткалиева, К.Ж. Абдиев</i> Флокулирующие и биоцидные свойства сополимера N,N-диметил-N,N-диаллил аммоний хлорида с N,N-диметиламинопропилметакриламидом.....	5
<i>М. Б. Умерзакова, Р.М. Искаков, Р. Б. Сариева, Ж.Н. Кайнарбаева,</i> <i>А.А.Еспенбетов</i> Композиционные материалы на основе алициклического сополиимида и сополимера акриловой кислоты с акриламидом	15
<i>К. Тоштай</i> Гидрирование поли- α -олефиновых соединений на палладиевых и палладий-никелевых катализаторов.....	28
<i>К.А. Кадирбеков, Р.М. Чернякова, Р.А. Кайынбаева, Г.Ш. Султанбаева,</i> <i>У.Ж. Джусипбеков, Н.Н. Кожабекова</i> Перспективы извлечения хрома из шлаков производства феррохрома кислотным способом.....	37
<i>Г.Т. Ситпаева, А.А. Курмантаева, А.Х.Кенесбай</i> Определение химического состава <i>Cousinia Mindschekensis</i> В. Fedtsch. методом газовой хроматографии – масс спектрометрии.....	60
<i>М.В. Краснопёрова, М.А. Севериненко, П.В. Харкин, О.С. Мильц, В.А. Макарова</i> Определение трития в растительности в зоне наблюдения реактора ВВР-К в Казахстане	70
<i>И.Н. Ануарбекова, Е.С. Сычева, Д.Б. Маркина, М.С. Муканова</i> Синтез и биологическая активность новых морфолинсодержащих тиоангидридов	81
<i>Г.К. Мукушева, А.Р.Жасымбекова, М.Р.Алиева, М.Ж.Кайырбаева, А.С. Мажитов</i> Изучение анальгетической активности (s)-1-метил-3-(1-(5-фенилизоксазол-3-карбонил) пиперидин-2-ил) пиридин-1-иум йодида.....	90
<i>У.Ж. Джусипбеков, Г.О. Нурғалиева, З.К. Баяхметова, Хамди Темел</i> Влияние химической модификации на состав и свойства органоминеральных композиционных материалов.....	98
<i>Э.Н. Рамазанова, С. Усманов, Н.Н. Есеркеева, А.М. Жолмаганбетова,</i> <i>О.В. Мячина, Р.У. Махмудов, Х.С.Усманов</i> Исследование получения действующего вещества и его микробиологической эффективности для протравливания семян хлопчатника на основе диметилломочевины и фитосоединения молибдена.....	108
<i>Ж.А. Сайлау, Н.Ж. Алмас, К. П. Аймаганбетов, Б. А. Курбанова, К. Тоштай,</i> <i>А.А. Алдонгаров</i> Вычислительное исследование процесса очистки биотоплива от свободных жирных кислот ионными жидкостями на молекулярном уровне.....	118
<i>Е.С. Сычева, М.С. Муканова</i> Синтез и химическая модификация новых производных гидроксibenзальдегидов	127
<i>Поздравления</i>	
<i>Профессору Сұлтан Усманұлы - 75 лет.....</i>	137
<i>«Химическому журналу Казахстана» 20 лет.....</i>	139

CONTENTS

<i>B.Ye. Orynbayev, M.B. Zhurumbayeva, N.Zh. Seitkaliyeva, K.Zh. Abdiyev</i> Flocculating and biocidal properties of copolymer of n,n-dimethyl-n,n-diallyl ammonium chloride with n,n-dimethylaminopropyl methacrylamide.....	5
<i>M. B. Umerzakova, R.M. Iskakov, R.B. Sarieva, Zh.N. Kainarbayeva, A.A. Espenbetov</i> Composite materials based on alicyclic copolyimide and acrylic acid copolymer with acrylamide.....	15
<i>K. Toshtay</i> Hydrogenation of poly- α -olefinic compounds over palladium and palladium-nickel catalysts.....	28
<i>K.A. Kadirbekov, R.M. Chernyakova, R.A. Kaiynbayeva, G.Sh. Sultanbayeva, U.Zh. Jussipbekov, N.N. Kozhabekova</i> Prospects for the extraction of chromium from slag ferrochrome production by acid method	37
<i>G.T. Sitpayeva, A.A. Kurmantayeva, A.H. Kenesbay</i> Determination of the chemical composition of <i>cousinia mindschelkensis</i> b. fedtsch. by gas chromatography-mass spectrometry method.....	60
<i>M.V. Krasnopyorova, M.A. Severinenko, P.V. Kharkin, O.S. Milts, V.A. Makarova, Zh.K. Sanalbay</i> Determination of tritium in vegetation in the observation area of reactor WWR-K in Kazakhstan.....	70
<i>I.N. Anuarbekova, Ye.S. Sycheva, D.B. Markina, M.S. Mukanova</i> Synthesis and biological activity of new morpholin-containing thioanhydrides.....	81
<i>G.K. Mukusheva, A.R. Zhasymbekova, M.R. Aliyeva, M. Zh. Kaiyrbayeva, A.S. Mazhitov</i> Study of the analgesic activity of (s)-1-methyl-3-(1-(5-phenyl isoxazole-3-carbonyl) piperidine-2-yl) pyridine-1-ium iodide.....	90
<i>U.Zh. Dzhusipbekov, G.O. Nurgalieva, Z.K. Bayakhmetova, Hamdi Temel</i> Influence of chemical modification on the composition and properties of organomineral composite materials.....	98
<i>E.N. Ramazanova, S. Usmanov, N.N. Yeserkeeva, M.A. Zholmaganbetova, O.V. Myachina R.U. Mahmudov, H.S. Usmanov</i> Synthesis of a double compound based on dimethylol urea and phytocompound of molybdenum and the study of its influence on the population of some soil microorganisms and accumulation of nitrogen.....	108
<i>Zh.A. Sailau, N.Zh. Almas, K. P. Aimaganbetov, B. A. Kurbanova, K. Toshtay, A.A. Aldongarov</i> Quantum chemical study of hydrogenation of sunflower oil over nickel catalysts.....	118
<i>Ye.S. Sycheva, M.S. Mukanova</i> Synthesis and chemical modification of new hydroxybezaldehyde derivatives.....	127
<i>Congratulations</i>	
<i>Professor Sultan Usmanuly is 75 years old.....</i>	137
<i>20th anniversary "Chemical Journal of Kazakhstan"</i>	139

Правила оформления статей в журнале
«ХИМИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ КАЗАХСТАНА»

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Журнал «Химический журнал Казахстана» (ISSN 1813-1107, eISSN 2710-1185) выпускается ордена Трудового Красного Знамени АО «Институтом химических наук им. А.Б. Бектурова» 4 раза в год и публикует работы по широкому кругу фундаментальных, прикладных и инновационных исследований в области химии и химической технологии.

Языки публикации: казахский, русский, английский. Журнал индексируется Казахстанской библиометрической системой и включен в Перечень изданий, рекомендуемых Комитетом по контролю в сфере образования и науки Министерства образования и науки Республики Казахстан для публикации основных результатов научной деятельности.

Издание имеет следующие рубрики:

1. Обзорные статьи до 20 печатных страниц
2. Оригинальные статьи (до 8–10 печатных страниц)
3. Краткие сообщения (до 4–5 печатных страниц)

2. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ СТАТЕЙ

Редакция принимает статьи от казахстанских и зарубежных авторов. В целях популяризации Журнала, редакционной коллегией приветствуется прием статей на английском языке.

Для регистрации и публикации статьи материал статьи представляется в редакцию через систему электронной подачи статьи на сайте Журнала (<https://www.chemjournal.kz/>) в комплекте со следующими документами:

1. Электронная версия статьи в форматах Word и PDF со встроенными в текст таблицами, схемами, рисунками (файл должен быть назван по фамилии первого автора на английском языке).

2. Сопроводительное письмо, адресованное в Редакцию Химического журнала Казахстана от организации, в которой данное исследование выполнено, с утверждением, что материал рукописи нигде не публиковался, не находится на рассмотрении для опубликования в других журналах и в материалах статьи отсутствуют секретные данные. В сопроводительном письме указываются сведения об авторе для корреспонденции: Фамилия, имя и отчество автора, служебный адрес с указанием почтового индекса, адрес электронной почты, телефон и ORCID.

3. Все статьи, опубликованные в Химическом журнале Казахстана (ISSN 1813-1107, eISSN 2710-1185) публикуются в открытом доступе. Чтобы обеспечить свободный доступ читателям и покрыть расходы на экспертную оценку, редактирование, поддержание сайта журнала, долгосрочное архивирование и ведение журнала, взимается плата за обработку статьи. Правила оплаты за опубликование принятой к печати статьи находятся в отдельном документе на сайте Журнала «Оплата за опубликование».

4. Статье присваивается регистрационный номер, который сообщается авторам в течение недели после получения указанного перечня документов; на этот номер необходимо ссылаться при переписке.

5. Принятым к печати статьям присваивается цифровой идентификатор (DigitalObjectIdentifier – DOI).

6. Учитывая невозможность проводить статьи на казахском языке через систему антиплагиат, будут учитываться формулировки рецензентов и решение издательской коллегии.

7. Статьи должны быть оформлены согласно шаблону, который можно скачать в разделе «Отправка материалов» на сайте Химического Журнала Казахстана.

3. СТРУКТУРА ПУБЛИКАЦИЙ

3.1. В начале **обзоров, оригинальных статей и кратких сообщений** на первой строке указывается номер по Универсальной десятичной классификации (УДК или UDC), соответствующий заявленной теме. Дается прописными буквами в верхнем левом углу. Также на первой строке справа прописными буквами полужирным шрифтом № 14 указывается название журнала **ХИМИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ КАЗАХСТАНА (ҚАЗАҚСТАННЫҢ ХИМИЯ ЖУРНАЛЫ, CHEMICAL JOURNAL OF KAZAKHSTAN)**, год, номер.

3.2. Далее через строку приводится международный стандартный сериальный номер журнала (ISSN 1813-1107, eISSN 2710-1185) и на следующей строке слева приводится DOI: который будет иметь значение после принятия статьи к печати.

3.3. Далее, после отступа строки указывается **заглавие статьи** прописными буквами, шрифт № 14 – полужирный, выравнивание текста по центру. Название должно максимально полно и точно описывать содержание статьи, включать ключевые слова, отражающие направление и/или основной результат исследования, но в то же время быть коротким и ясным и не содержать сокращений.

3.4. Далее, после отступа строки, указываются **инициалы и фамилии автора(-ов)** строчными буквами, шрифт № 12 полужирный, курсив, выравнивание текста по центру. Фамилия автора, с которым следует вести переписку, должна быть отмечена звездочкой (*): *С.С. Сатаева**, *А.М. Джубаналиева*.

3.5. Через строку шрифтом № 12, строчными буквами, курсивом с выравниванием текста по центру следуют **наименование(я) организации(й)** с указанием части названия организации, которая относится к понятию юридического лица (в английском тексте необходимо указывать официально принятый перевод названия), город, страна. В английском варианте адресные сведения должны быть представлены на английском языке, в т.ч. город и страна.

Строки с фамилиями авторов и названиями организаций содержат надстрочные индексы (после фамилии и перед названием организации), указывающие на место работы авторов.

На следующей строке курсивным начертанием, шрифт № 12, с выравниванием текста по центру указывается электронный адрес для переписки.

3.6. **Резюме (Abstract, Түйіндеме)** состоит из краткого текста (не менее 150–250 слов, шрифт № 12) на языке статьи. **Abstract** публикуется в международных базах, данных в отрыве от основного текста. Резюме должно быть автономным, все вводимые обозначения и сокращения необходимо расшифровать здесь же.

Приветствуется структурированное резюме, повторяющее структуру статьи и включающее: *введение, цели и задачи, методы, результаты и обсуждение, заключение (выводы)*. В то же время, цели и задачи описываются, если они не ясны из заглавия статьи, методы следует описывать, если они отличаются новизной. В резюме включаются новые результаты, имеющие долгосрочное значение, важные

открытия, опровергающие существующие теории, а также данные, имеющие практическое значение. Следует использовать техническую (специальную) терминологию вашей дисциплины.

Резюме дается без абзацного отступа строчными буквами; оно не должно содержать номера соединений, экспериментальные данные и ссылки на литературу.

Резюме только одно – в начале текста.

3.7. Далее на языке статьи без абзацного отступа строчными буквами шрифтом № 12, выравнивание текста по левому краю приводятся **ключевые слова** (от 5 до 10 шт.), обеспечивающие наиболее полное раскрытие содержания статьи.

3.8. В **кратких сообщениях** приводится резюме (150–200 слов), ключевые слова, но деления на разделы не требуется. Дается текст краткого сообщения на одном из трех языков с выполнением требований к УДК, названию статьи, перечню авторов, наименований организаций, в которых они работают, указанию автора для переписки. В тексте краткого сообщения приводятся конкретные **существенно новые результаты, требующие закрепления приоритета** с необходимыми экспериментальными подробностями. Затем следуют: информация о финансировании, благодарности, сведения о конфликте интересов, информация об авторах и список литературы.

3.9. Статья начинается с **введения**, в котором формулируется цель и необходимость проведения исследования, кратко освещается состояние вопроса со ссылками на наиболее значимые публикации с избеганием ссылок на устаревшие результаты. Излагаются открытия, сделанные в ходе данного исследования. Указывается структура статьи.

3.10. **Экспериментальная часть** содержит описание хода и результатов эксперимента, характеристику полученных соединений. В начале экспериментальной части приводятся названия приборов, на которых зарегистрированы физико-химические характеристики веществ и указываются условия измерения; также указываются либо источники использованных нетривиальных реагентов (например, «коммерческие препараты, название фирмы»), либо даются ссылки на методики их получения.

Каждый параграф экспериментальной части, описывающий получение конкретного соединения, должен содержать его полное наименование по номенклатуре ИЮПАК и его порядковый номер в статье. В методиках обязательно указывать количества реагентов в мольных и массовых единицах (для катализаторов – массу и мольные проценты), объемы растворителей. Методика эксперимента излагается в *прошедшем* времени.

Для известных веществ, синтезированных опубликованным ранее методом, необходимо привести ссылку на литературные данные. Для известных веществ, полученных новыми или модифицированными методами, должны быть представлены их физические и спектральные характеристики, использованные для подтверждения идентичности структуры, метод синтеза и ссылка на литературные данные.

Для всех впервые синтезированных соединений необходимо привести доказательства приписываемого им строения и данные, позволяющие судить об их индивидуальности и степени чистоты. В частности, должны быть представлены данные элементного анализа или масс-спектры высокого разрешения, ИК спектры и спектры ЯМР ^1H и ^{13}C .

Данные рентгеноструктурного анализа представляются в виде **рисунков и таблиц**. Все **новые соединения**, данные РСА которых приводятся в статье, должны быть **зарегистрированы в Кембриджской базе структурных данных** и иметь соответствующие **CCDC номера**.

Если, по мнению рецензента или редактора, новые соединения не были удовлетворительно охарактеризованы, статья не будет принята к печати.

Пример методики: 3-(2-Amino-6-methylpyridino)-3-carbonyl-3,4-dihydrocoumarin (**12**). To the alcoholic solution of 2.18 g (0.01 mol) of 3-carbethoxycoumarin, 1.08 g (0.01 mol) of 2-amino-6-methylpyridine was added with stirring. The mixture was boiled for 10 h. The solution was cooled, the precipitate was filtered. Then it was washed with cold EtOH. After the drying and recrystallization of the residue from i-PrOH yield of the product **12** was 2.05 g (63%), mp 226–228 °C, Rf 0.82 (1/2, EtOAc/hexane as eluent). Calculated, %: C 68.56; H 4.32; N 9.99 for C₁₆H₁₂N₂O₃. Found, %: C 68.41; H 4.22; N 9.83. *Spectral data*.

Внимание! В статьях, посвященных синтезу новых соединений, допускается размещение **экспериментальной части** за разделом **Результаты и обсуждение**.

3.11. В разделе **Результаты и обсуждение**, который является наиболее важным, следует обсудить и объяснить полученные в работе **результаты**, проанализировать особенности синтеза, продемонстрировать и указать возможные ограничения. Провести сравнение полученных результатов с опубликованными ранее. Все новые соединения должны быть полностью охарактеризованы соответствующими спектральными и другими физико-химическими данными. В тексте обобщаются и разъясняются только те спектральные данные, которые используются для подтверждения структуры полученных соединений. Перечисление одних и тех же данных в тексте, таблицах и на рисунках не допускается. Для новых методов синтеза желательно обсудить механизм реакции. Для обобщения данных необходимо использовать понятные рисунки и таблицы. Представленные данные должны подаваться интерпретации.

При обсуждении результатов следует придерживаться официальной терминологии IUPAC. Результаты рекомендуется излагать в прошедшем времени.

Обсуждение не должно повторять описание результатов исследования. В тексте должны быть использованы общепринятые в научной литературе сокращения. Нестандартные сокращения должны быть расшифрованы после первого появления в тексте. Единицы измерений должны быть указаны в Международной системе СИ.

3.12. Затем рекомендуется сформулировать **заключение**, в котором указать основные достижения, представленные в статье, и основной вывод, содержащий ответ на вопрос, поставленный во вводной части статьи, а также возможность использования материала статьи в фундаментальных или прикладных исследованиях.

3.13. Приводится информация о **финансировании** исследований.

3.14. Выражается **благодарность** тем, кто помог вам в подготовке вашей работы.

3.15. В рукописи должно быть заявлено о том, имеется ли **конфликт интересов**

3.16. В **информации об авторах** указываются: ученая степень, звание, должность, e-mail, ORCID.

3.17. Статя заканчивается **списком литературы** со ссылками на русском (или казахском) языке и ссылками на языке оригинала. Ссылки на литературные источники в тексте приводятся порядковыми арабскими цифрами в квадратных скобках по мере упоминания. Каждая ссылка должна содержать только одну литературную цитату. Список литературы должен быть представлен наиболее свежими и актуальными источниками без излишнего самоцитирования (не более 20 процентов). Для статей желателен список из не менее 10 ссылок со строками доступа в интернете.

3.18. Обязательна **информация об авторах**. В ней указываются: ученая степень, звание, должность, e-mail, ORCID, **фамилия, имя, отчество** полностью на трех языках.

Информация об авторах:

Джусипбеков Умирзак Жумасилович – АО «Институт химических наук им. А.Б. Бектурова», заведующий лабораторией химии солей и удобрений, член-корреспондент Национальной академии наук Республики Казахстан, профессор; e-mail: jussipbekov@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2354-9878>.

Нургалиева Гульзипа Орынтаевна – доктор химических наук, АО «Институт химических наук им. А.Б. Бектурова», Алматы, Республика Казахстан, e-mail: n_gulzipa@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2659-3361>.

Баяхметова Замира Кенесбековна – кандидат химических наук, ведущий научный сотрудник, АО «Институт химических наук им. А.Б. Бектурова», Алматы, Республика Казахстан, e-mail: zimirabkz@mail.ru, ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7261-2215>.

Information about authors:

Zhusipbekov Umerzak Zhumasilovich – JSC «A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences», Head of the Laboratory of Chemistry of Salts and Fertilizers, Corresponding Member of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, Professor; e-mail: jussipbekov@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-2354-9878>.

Nurgaliyeva Gulzipa Oryntayevna – Doctor of chemical sciences, JSC «A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences», Almaty, Republic of Kazakhstan, e-mail: n_gulzipa@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-2659-3361>.

Baiakhmetova Zamira Kenesbekovna – Candidate of chemical sciences, leading researcher, JSC «A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences», Almaty, Republic of Kazakhstan, e-mail: zimirabkz@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-7261-2215>.

Авторлар туралы ақпарат:

Жүсіпбеков Өмірзақ Жұмасылұлы - "Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты" АҚ, тұздар және тыңайтқыштар химиясы зертханасының меңгерушісі, Қазақстан Республикасы Ұлттық Ғылым академиясының корреспондент-мүшесі, профессор; e-mail: jussipbekov@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-2354-9878>.

Нұрғалиева Гүлзипа Орынтайқызы - химия ғылымдарының докторы, "Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты" АҚ, Алматы, Қазақстан Республикасы, e-mail: n_gulzipa@mail.ru. ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-2659-3361>.

Баяхметова Замира Кеңесбекқызы - химия ғылымдарының кандидаты, жетекші ғылыми қызметкер, "Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты" АҚ,

Алматы, Қазақстан Республикасы, e-mail: zamirabkz@mail.ru . ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-7261-2215>.

Список цитируемой литературы оформляется в соответствии с нижеприведенными образцами библиографических описаний (4.8.).

3.19. В конце статьи после списка литературы *дополнительно* приводится перевод **Резюме** на казахский (**Түйіндеме**) и на английский языки (**Abstract**). Слово **Резюме (Abstract, Түйіндеме)** дается по центру. На следующей строке с выравниванием по левому краю прописными буквами полужирным шрифтом № 12 приводится название статьи. Через строку без абзацного отступа курсивом, полужирным шрифтом № 11 даются инициалы и фамилии авторов.

На следующей строке без абзацного отступа курсивом, строчными буквами, шрифтом № 11 приводятся места работы авторов с надстрочными индексами (после фамилии и перед названием организации), указывающие на место работы авторов. Затем через строку с абзацного отступа с выравниванием текста по ширине идет текст резюме, набранный строчным шрифтом № 12.

Далее через строку с абзацным отступом строчными буквами шрифтом № 12, с выравниванием текста по ширине приводятся **ключевые слова** (от 5 до 10 шт.), обеспечивающие наиболее полное раскрытие содержания статьи.

3.20. Для статей, подаваемых на языке, отличном от английского (на казахском или русском языке), в конце статьи находится английский блок (**Abstract, Information about authors, References**).

3.21. Все страницы рукописи следует пронумеровать.

4. ТРЕБОВАНИЯ К ОФОРМЛЕНИЮ РУКОПИСЕЙ

4.1. Объем статьи, включая аннотацию и список литературы: до 8–10 страниц. Обзорные статьи могут быть до 20 страниц. Статья должна быть напечатана на одной стороне листа А4 шрифтом Times New Roman, размер кегля 14 пт; межстрочный интервал – одинарный и полями: верхнее – 2.0 см, нижнее – 2.0 см, левое – 3.0 см, правое – 1.5 см; расстановка переносов не допускается; абзацный отступ – 1.0 см; форматирование – по ширине. Должен быть использован текстовый редактор *Microsoft Word for Windows*, в виде *doc*-файла, версия 7.0 и более поздние.

Для краткости и наглядности обсуждения соединения, упоминаемые более одного раза, следует нумеровать **арабскими** цифрами в сочетании со строчными **латинскими** буквами (для обозначения соединений с переменным заместителем). При упоминании полного названия соединения шифр дается в скобках.

Стереохимические символы и приставки, характеризующие структурные особенности или положение заместителя в молекуле, следует набирать курсивом (*italic*): (*R*)-энантиомер, *трет*-бутил, *пара*-ксилол. Вместо громоздких названий неорганических и часто употребляемых органических соединений следует давать их формулы: NaBr, TsOH вместо бромид натрия и толуолсульфоновая кислота. При использовании терминов и обозначений, не имеющих широкого применения в литературе, их значения поясняются в тексте при первом употреблении: например, полиэтилентерефталат (ПЭТФ).

Для изображения структурных формул химических соединений необходимо использовать редактор химических формул **ChemDrawUltra**. Все надписи на схемах приводятся на английском языке. В схеме необходимо указывать все условия реакций: над стрелкой – реагенты, катализаторы, растворители, под

стрелкой – температура, время, выход. Если условия реакций сильно загружают схему, их можно перенести в конец схемы, расшифровывая буквенными индексами, например, i : HCl, H₂O, 80 °C, 5h. Такой же буквенный индекс должен быть указан над стрелкой соответствующей реакции.

4.2. Уравнения, схемы, таблицы, рисунки и ссылки на литературу нумеруются в порядке их упоминания в тексте и *должны быть вставлены в текст статьи* после первого упоминания. Таблицы и рисунки должны сопровождаться подписью; заголовки к схемам даются при необходимости.

4.3. По возможности следует готовить **рисунки** с помощью компьютера. Однотипные кривые должны быть выполнены в одинаковом масштабе на одном рисунке. Кривые на рисунках нумеруются арабскими цифрами, которые расшифровываются в подписях к рисункам. Для всех **рисунков** необходимо представить графические файлы в формате *jpeg* с минимальным разрешением 300 dpi. Надписи на рисунках должны быть на английском языке и по возможности заменены цифрами, расшифровка которых дается в подписи к рисунку.

Одиночные прямые, как правило, не приводят, а заменяют уравнением линии регрессии. Пересечение осей координат следует располагать в левом углу рисунка, стрелки на концах осей не ставятся, линии, ограничивающие поле рисунка не приводятся, масштабная сетка не наносится. Малоинформативные рисунки, не обсуждаемые в статье спектры, вольтамперограммы и другие зависимости не публикуются. **Рисунки спектров не должны быть выполнены от руки**. Все рисунки должны иметь нумерацию арабскими цифрами (если рисунок не один). Слово «Рисунок» и наименование помещают после пояснительных данных и располагают следующим образом: Рисунок 1 – Детали прибора.

4.4. Каждая **таблица** должна иметь тематический заголовок и порядковый арабский номер (без знака №), на который дается ссылка в тексте (таблица 1). Название таблицы располагается над таблицей слева без абзачного отступа в одну строку с ее номером через тире без точки после названия. Графы в таблице должны иметь краткие заголовки, отражающие параметры, численные значения которых приведены в таблице; они пишутся в именительном падеже единственного числа с прописной буквы и через запятую сопровождаются соответствующими единицами измерения (в сокращенной форме). Рисунки или структурные формулы в графах таблиц не допускаются. Пропуски в графах при отсутствии данных обозначают тремя точками, при отсутствии явления – знаком «тире». Примечания к таблицам индексируются арабскими цифрами и помещаются в границах таблицы под материалом таблицы. Слово «Примечание» следует печатать с прописной буквы с абзаца. Если примечание одно, то после слова «Примечание» ставится тире и примечание печатается с прописной буквы. Несколько примечаний нумеруют по порядку арабскими цифрами без проставления точки и печатают с абзаца. В таблицах используют тот же шрифт, что и в тексте статьи; допускается уменьшенный (не менее № 10 шрифт TimesNewRoman).

4.5. При выборе единиц измерения рекомендуется придерживаться системы СИ: г, мг, м, см, мкм (микромметр, микрон); нм (наномметр, миллимикрон); пм (пикомметр); Å (ангстрем); с (секунда); мин, ч (час), Гц (герц); МГц (мегагерц); Э (эрстед); Гс (гаусс); В (вольт); эВ (электронвольт); А (ампер); Ом, Па (паскаль); МПа (мегапаскаль); гПа (гектопаскаль); Дж (джоуль); К (кельвин), °C (градус Цельсия); Д (Дебай).

В десятичных дробях целая часть отделяется от дробной не запятой, а точкой.

Используются следующие сокращения: т.кип. и т.пл. (точки кипения и плавления) – перед цифрами; конц. (концентрированный перед формулой соединения); М – молекулярная масса); моль, кал, ккал, н. (нормальный), М. (молярный); концентрация растворов обозначается (г/см³, г/л, моль/л).

Для всех впервые синтезированных соединений обязательны данные элементного анализа либо масс-спектры высокого разрешения.

В *брутто-формулах* элементы располагаются в следующем порядке: С, Н и далее согласно латинскому алфавиту. Формулы молекулярных соединений и ониевых солей даются через точку (например, С₅Н₅Н.НCl). Пример записи констант и данных элементного анализа: т.кип. 78°C (100 мм рт. ст.), т.пл. 50°C (EtOH), d₄²⁰0.9809, n²⁰1.5256; Найдено, %: С 59.06; Н 7.05; I 21.00; N 8.01. С_aН_bI_cN_dO_e. Вычислено, %: С 59.02; Н 7.01; I 21.20; N 8.22.

ИК и УФ спектры. В экспериментальной части для ИК и УФ спектров должны быть указаны характеристические частоты полос, длины волн максимумов поглощения, коэффициенты экстинкции (или их логарифмы) и условия, при которых записан спектр.

Примеры записи: ИК спектр (тонкий слой), ν, см⁻¹: 1650 (C=N), 3200–3440 (O–H). УФ спектр (EtOH), λ_{max}, нм (lgε): 242 (4.55), 380 (4.22).

Спектры ЯМР ¹H и ¹³C. Должны быть указаны рабочая частота прибора, использованный стандарт и растворитель. Протоны в составе сложных групп, к которым относится сигнал, следует подчеркнуть снизу – 3.17–3.55 (4H, м, N(CH₂CH₃)₂); для положения заместителей использовать обозначения 3-CH₃; для обозначения положения атомов – C-3, N-4 и т.д. Если какой-нибудь сигнал в спектре описывается как дублет, триплет или дублет дублетов и т.п. (а не синглет или мультиплет), необходимо привести соответствующие КССВ. Если проведены дополнительные исследования для установления строения или пространственных взаимодействий атомов, должны быть указаны использованные двумерные методы. В описании спектров ЯМР ¹³C отнесение конкретного сигнала к конкретному атому углерода приводится только тогда, когда определение проведено на основе двумерных экспериментов.

Примеры записи:

Спектр ЯМР¹H (400 МГц, CDCl₃), δ, м. д. (J, Гц): 0.97 (3H, т, J= 7.0, CH₃); 3.91 (2H, к, J= 7.0, COOCH₂); 4.46 (2H, д, J= 6.1, NCH₂); 7.10–7.55 (6H, м, H-6,7,8, NHCH₂C₆H₅); 7.80 (1H, с, HAr); 7.97 (1H, с, H-5'); 8.13 (1H, д. д, J= 8.2, J= 2.3, H-5); 11.13 (1H, с, NH).

Спектр ЯМР¹³C (100 МГц, ДМСО-d₆), δ, м. д. (J, Гц): 36.3 (CH₂CH₃); 48.5 (C-5); 62.3 (CH₂CH₃); 123.0(CAr); 125.8 (д, ²J_{CF} = 26.1, C-3',5' Ar); 128.9 (CPh); 134.4 (C-5a); 168.3 (C=O).

Масс-спектры приводятся в виде числовых значений m/z и относительных значений ионного тока. Необходимо указывать метод и энергию ионизации, массовые числа характеристических ионов, их интенсивность по отношению к основному иону и по возможности их генезис. В случае химической ионизации при описании прибора необходимо указать газ-реагент. В масс-спектрах высокого

разрешения найденные и вычисленные значения m/z приводятся с четырьмя десятичными знаками; если найденное значение m/z соответствует не молекулярному иону, брутто-формула и вычисленное значение m/z также приводится для того же иона.

Пример записи данных масс-спектра: Масс-спектр (ЭУ, 70 эВ), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 386 $[M]^+$ (36), 368 $[M-H_2O]^+$ (100), 353 $[M-H_2O-CH_3]^+$ (23).

Масс-спектр (ХИ, 200 эВ), m/z ($I_{\text{отн}}$, %): 387 $[M+H]^+$ (100), 369 $[M+H-H_2O]^+$ (23).

Пример записи данных масс-спектра высокого разрешения:

Найдено, m/z : 282.1819 $[M+Na]^+$. $C_{17}H_{25}NNaO$.

Вычислено, m/z : 282.1828.

4.6. **Данные рентгеноструктурного исследования** следует предоставлять в виде рисунка молекулы с пронумерованными атомами, например, C(1), N(3) (по возможности в представлении атомов эллипсо и дамителиловых колебаний). Полные кристаллографические данные, таблицы координат атомов, длин связей и валентных углов, температурные факторы в журнале не публикуются, а депонируются в Кембриджском банке структурных данных (в статье указывается регистрационный номер депонента).

4.7. По требованиям международных баз данных Scopus, Clarivate Analytics, Springer Nature при оценке публикаций на языках, отличных от английского, библиографические списки должны даваться не только на языке оригинала, но и на латинице (романским алфавитом). Поэтому авторы статей, подаваемых на русском и казахском языке, должны предоставлять список литературы в двух вариантах: *один на языке оригинала (Список литературы)*, а другой — *в романском алфавите (References)*. Последний список входит в английский блок, который расположен в конце статьи.

Если в списке есть ссылки на иностранные публикации, они полностью повторяются в списке **References**. При цитировании русскоязычного журнала, переводимого за рубежом, в русскоязычной версии Списка литературы необходимо привести полную ссылку на русскоязычную версию, а в **References** – на международную.

Список источников в **References** должен быть написан только на романском алфавите- латинице (при этом он должен оставаться полным аналогом Списка литературы, в котором источники были представлены на оригинальном языке опубликования).

Для написания ссылок на русскоязычные источники (и источники на иных, не использующих романский алфавит, языках) следует использовать ОФИЦИАЛЬНЫЙ ПЕРЕВОД и ТРАНСЛИТЕРАЦИЮ (см. Требования к переводу и транслитерации).

В **References** требуется следующая структура библиографической ссылки из русскоязычных источников: авторы (транслитерация), перевод названия статьи или книги на английский язык, название источника (транслитерация – для тех изданий, которые не имеют установленного редакцией английского названия), выходные данные в цифровом формате, указание на язык статьи в скобках (in Russian или in Kazakh). Транслитерацию можно выполнить на сайте <http://www.translit.ru>.

Условные сокращения названий русскоязычных журналов и справочников приводятся в соответствии с сокращениями, принятыми в «Реферативном журнале

Химия». англоязычных и других иностранных журналов – в соответствии с сокращениями, рекомендуемыми издательством «Springer and Business Media»: <http://chemister.ru/Chemie/journal-abbreviations.htm>. Для статей на русском и казахском языках название журнала «Химический Журнал Казахстана» следует сокращать: «Хим. Журн. Каз.» и «Қаз. Хим. Журн.» соответственно, а для статей на английском языке: «Chem. J. Kaz.». Приводятся фамилии и инициалы **всех авторов** (сокращения и *др.* и *et al* не допускаются).

В Списке литературы и в **References** все работы перечисляются **В ПОРЯДКЕ ЦИТИРОВАНИЯ**, а **НЕ** в алфавитном порядке.

DOI. Во всех случаях, когда у цитируемого материала есть цифровой идентификатор, его необходимо указывать в самом конце описания источника. Проверять наличие doi у источника следует на сайте <http://search.crossref.org> или <https://www.citethisforme.com>.

Для формирования списка литературы (всех без исключения ссылок) в Журнале принят библиографический стандарт без использования разделителя «//»:

Author A.A., Author B.B., Author C.C. Title of article. Title of Journal, **2005**, 10, No. 2, 49–53.

Для казахско- или русскоязычного источника:

Author A.A., Author B.B., Author C.C. Title of article. Title of Journal, **2005**, 10, No. 2, 49– 53. (In Kazakh or In Russian).

Ниже приведены образцы оформления различных видов документов, которых необходимо придерживаться авторам при оформлении романского списка **References**.

Описание статьи из журналов:

Zagurenko A.G., Korotovskikh V.A., Kolesnikov A.A., Timinov A.V., Kardymov D.V. Technical and economical optimization of hydrofracturing design. Neftyanoe khozyaistvo. Oil Industry, **2008**, No. 11, 54–57. (In Russian).

Описание статьи с DOI:

Zhang Z., Zhu D. Experimental Research on the localized electrochemical micromachining. *Rus. J. Electrochem.*, **2008**, 44, No. 8, 926–930. doi: 10.1134/S1023193508080077.

Описание Интернет-ресурса:

Kondrat'ev V.B. *Global'naya farmatsevticheskaya promyshlennost'* [The global pharmaceutical industry]. Available at: http://perspektivy.info/rus/ekob/globalnaja_farmacevticheskaja_promyshlennost_2011-07-18.html (Accessed 23.06.2013).

или

APA Style (2011). Available at: <http://www.apastyle.org/apa-style-help.aspx> (accessed 5 February 2011).

или

Pravila Tsitirovaniya Istochnikov (Rules for the Citing of Sources) Available at: <http://www.scribd.com/doc/1034528/> (Accessed 7 February 2011).

Описание статьи из электронного журнала:

Swaminatan V., Lepkoswka-White E., Pao B.P. Browsers or buyers in cyberspace? An investigation of electronic factors influencing electronic exchange. *Journal of Computer-Mediated Communication*, **1999**, 5, No. 2. Available at: <http://www.ascusc.org/jcmc/vol.5/issue2/> (Accessed 24 April 2011).

Описание статьи из продолжающегося издания (сборника трудов)

Astakhov M.V., Tagantsev T.V. Eksperimental'noe issledovanie prochnost soedinenii «stal'-kompozit» [Experimental study of the strength of joints «steel-composite»]. Trudy MG TU

«Matematicheskoe modelirovanie slozhnykh tekhnicheskikh sistem» [Proc. Of the Bauman MSTU

«Mathematic Modeling of the Complex Technical Systems»], 2006, No. 593, 125–130.

Описание материалов конференций:

Usmanov T.S., Gusmanov A.A., Mullagalin I.Z., Muhametshina R.Ju., Chervyakova A.N., Sveshnikov A.V. Features of the design of the field development with the use of hydraulic fracturing. *Trudy 6 Mezhdunarodnogo Simpoziuma «Novye resurso sberegayushchie tekhnologii nedropol'zovaniya i povysheniya neftegazootdachi»* [Proc. 6th Int. Symp. «New energy saving subsoil technologies and the increasing of the oil and gas impact»]. Moscow, 2007, 267–272. (In Russ.)

Нежелательно оставлять одно переводное название конференции (в случае если нет переведенного на английский язык названия конференции), так как оно при попытке кем-либо найти эти материалы, идентифицируется с большим трудом.

Описание книги (монографии, сборника):

Nenashev M.F. *Poslednee pravitel'stvo SSSR* [Last government of the USSR]. Moscow, Krom Publ., 1993, 221 p.

Описание переводной книги:

Timoshenko S.P., Young D.H., Weaver W. *Vibration problems in engineering*. 4th ed. New York, Wiley, 1974. 521 p. (Russ. ed.: Timoshenko S.P., Iang D.Kh., Uiver U. *Kolebaniia v inzhenernom dele*. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1985. 472 p.).

Brooking A., Jones P., Cox F. *Expert systems. Principles and cases studies*. Chapman and Hall, 1984. 231 p. (Russ. ed.: Bruking A., Dzhons P., Koks F. *Ekspertnye sistemy. Printsipy raboty i primery*. Moscow, Radioisviaz' Publ., 1987. 224 p.).

Описание диссертации или автореферата диссертации:

Grigor'ev Yu. A. *Razrabotka nauchnykh osnov proektirovaniia arkhitektury raspredelennykh sistem obrabotki dannykh. Diss. Dokt. Tekhn. Nauk* [Development of scientific bases of architectural design of distributed data processing systems. Dr. tech. sci. diss.]. Moscow, Bauman MSTU Publ., 1996. 243 p.

Описание ГОСТа:

GOST 8.596.5–2005. *Metodikavypolneniia izmerenii. Izmerenie raskhoda I kolichestva zhidkosti I gazov s pomoshch'iu standartnykh suzhaiushchikh ustroistv* [State Standard 8.586.5 – 2005. Method of measurement. Measurement of flow rate and volume of liquids and gases by means of orifice devices]. Moscow, Standartinform Publ., 2007. 10 p.

или

State Standard 8.586.5 – 2005. Method of measurement. Measurement of flow rate and volume of liquids and gases by means of orifice devices. Moscow, Standartinform Publ., 2007. 10 p. (In Russian).

Описание патента:

Patent RU 228590. *Sposob orientirovaniia po krenu letatel'nogo apparata s opticheskoi golovkoi samonavedeniia* [The way to orient on the roll of aircraft with optical homing head], Palkin M.V., Ivanov N.M., Gusev B.B., Petrov R.H., 2006.

4.9. Пример англоязычного блока для представления статьи, написанной на языке, отличном от английского:**Abstract****DETERMINATION OF THE HAZARD CLASS OF OIL-CONTAMINATED AND NEUTRALIZED SOIL***Zhusipbekov U.Zh.¹, Nurgaliyeva G.O.^{1*}, Baiakhmetova Z.K.¹, Aizvert L.G.²*¹JSC «A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences», Almaty, Kazakhstan²Scientific and practical center of sanitary-epidemiological examination and monitoring of the Ministry of Health of the Republic of Kazakhstan Almaty, Kazakhstan

E-mail: n_gulzipa@mail.ru

Introduction. Pollution by oil has a negative effect on chemical, physical, agrophysical, agrochemical and biological properties of soils. Sorption methods of cleaning the soil with the help of humic preparations from oil pollution are of great importance. *The purpose* of this work is to study the composition and properties of the contaminated and neutralized soil, the determination of the toxicity indexes of all components of oil waste, the calculation of the hazard class of waste according to their toxic-ecological parameters. *Methodology.* Samples of the contaminated and neutralized soil were treated with the use of humate-based energy-accumulating substances. The metal content in the contaminated soil was determined by spectrometry using an AA 240 instrument using the method of decomposing the sample with a mixture of nitric, hydrofluoric and perchloric acids until the sample was completely opened. *Results and discussion.* Fractional composition of oil products of all samples is stable: the content of complex acetylene hydrocarbons is ~ 70.0% of the total mass of oil products, the content of resins and paraffin-naphthenic group of hydrocarbons is 27.3%, the content of bitumens is 2.6%. In the neutralized soil, paraffin-naphthenic fractions, resins, bitumens and asphaltenes were mainly found; complex acetylene hydrocarbons are not present. *Conclusion.* It has been established that the contaminated soil belongs to the substances of the 3rd hazard class. Neutralized soil became less toxic and according to the total toxicity index, it was classified as hazard class 4 (low hazard). Neutralized soil can be used as construction and road materials, at the improvement of boreholes and at land reclamation.

Keywords: oil, contaminated soil, neutralized soil, humate-based energy storage substance, toxicity, radioactivity, hazard class.

References

1. Evdokimova G.A., Gershenkop A.Sh., Mozgova N.P., Myazin V.A., Fokina N.V. Soils and waste water purification from oil products using combined methods under the North conditions. *J. Environ. Sci.*, **2012**, 47, No. 12, 1733–1738, <https://doi.org/10.1080/10934529.2012.689188>
2. Badrul I. Petroleum sludge, its treatment and disposal: a review. *Int. J. Chem. Sci.*, **2015**, 13, No. 4, 1584–1602. <https://www.tsijournals.com/articles/petroleum-sludge-its-treatment-and-disposal-a-review.pdf> (accessed on 2 April 2021).
3. Krzhizh L., Reznik D. Technology of cleaning the geological environment from oil pollution. *Jekologija proizvodstva*, **2007**, No. 10, 54. (in Russ.). https://www.ripublication.com/ijaer18/ijaerv13n7_44.pdf (accessed on 2 April 2021).
4. Nocentini M., Pinelli D., Fava F. Bioremediation of soil contaminated by hydrocarbon mixtures: the residual concentration problem. *Chemosphere*, **2000**, No. 41, 1115–1123, [https://doi.org/10.1016/S0045-6535\(00\)00057-6](https://doi.org/10.1016/S0045-6535(00)00057-6)

5. Cerqueira V.S., Peralba M.C.R., Camargo F.A.O., Bento F.M. Comparison of bioremediation strategies for soil impacted with petrochemical oily sludge. *International Biodeterioration & Biodegradation*, **2014**, 95, 338–345, <https://doi.org/10.1016/j.ibiod.2014.08.015>

54. Zemnuhova L.A., Shkorina E.D., Filippova I.A. The study of the sorption properties of rice husk and buckwheat in relation to petroleum products. *Himija rastitel'nogo syr'ja*, **2005**, No. 2, 51–(in Russ.). <http://journal.asu.ru/cw/article/view/1659> (accessed on 2 April 2021).

8. Mokrousova M.A., Glushankova I.S. Remediation of drill cuttings and oil-contaminated soils using humic preparations. *Transport. Transportnye Sooruzhenija. Jekologija*, **2015**, No. 2, 57–72. (in Russ.). <https://www.dissercat.com/content/razrabotka-nauchnykh-osnov-primeneniya-guminovykh-veshchestv-dlya-likvidatsii-posledstvii> (accessed on 2 April 2021).

9. Teas Ch., Kalligeros S., Zanicos F., Stournas S. Investigation of the effectiveness of absorbent materials in oil spill clean up. *Desalination*, **2001**, No. 140, 259–264. <http://www.desline.com/proceedings/140.shtml> (accessed on 2 April 2021).

10. Ivanov A.A., Judina N.V., Mal'ceva E. V., Matis E.Ja. Investigation of the biostimulating and detoxifying properties of humic acids of different origin under conditions of oil-contaminated soil. *Himija rastitel'nogo syr'ja*, **2007**, No. 1, 99–103. (in Russ.). <http://journal.asu.ru/cw/issue/view/6> (accessed on 2 April 2021).

11. Dzhusipbekov U.Zh., Nurgalieva G.O., Kuttumbetov M.A., Zhumasil E., Dujsenbaj D., Sulejmenova O.Ja. Pilot-industrial tests of the processing of oil-contaminated soil. *Chem. J. Kazakhstan*, **2015**, No. 3, 234–240. <http://www.chemjournal.kz/images/pdf/2019/01/2019-1-2.pdf> (accessed on 2 April 2021).

12. Patent RU 2486166. *Sposob obezvrezhivaniya neftezagrjaznennykh gruntov, sposob obezvrezhivaniya otrabotannykh burovnykh shlamov* [The method of disposal of oil-contaminated soils, the method of disposal of waste drill cuttings]. Kumi V.V., **2013**. <http://www.freepatent.ru/patents/2491266> (accessed on 2 April 2021).

13. Kozlova, E.N., Stepanov, A.L. & Lysak, L.V. The influence of bacterial-humus preparations on the biological activity of soils polluted with oil products and heavy metals. *Eurasian Soil Sc.*, **2015**, 48, 400–409. <https://doi.org/10.1134/S1064229315020052>.

Ғылыми жарияланымның этикасы

«Қазақстанның химиялық журналы» (бұдан әрі – Журнал) баспасының алқасы мен бас редакторы «Жариялану этикасы жөніндегі комитет – (Committee on Publication Ethics – COPE)» (<http://publicationethics.org/about>), «Еуропалық ғылыми редакторлардың қауымдастығы» (European Association of Science Editors – EASE) (<http://www.ease.org.uk>) және Ғылыми жарияланым этикасының комитетінде (<http://publicet.org/code/>) қабылданылған халықаралық талаптарды ұстанады.

Баспа қызметіндегі әдепке сай емес іс - әрекеттерді (плагиат, жалған ақпарат және т.б.) болдырмауға және ғылыми жарияланымдардың жоғары сапасын қамтамасыз ету үшін, қол жеткізген ғылыми нәтижелерді жұртшылыққа жариялау мақсатында редакция алқасы, авторлар, рецензенттер, сондай-ақ баспа үдерісіне қатысатын мекемелер этикалық нормалар мен ережелерді сақтауға міндетті және олардың бұзылмауына барлық шараларды пайдалануы тиіс. Осы үдеріске қатысушылардың барлығының ғылыми жарияланымдар этикасының ережелерін сақтауы, авторлардың зияткерлік меншік объектілеріне құқықтарын қамтамасыз етуге, жарияланымдар сапасын арттыруға және авторлық құқықпен қорғалған материалдарды жеке тұлғалардың мүддесі үшін пайдалану мүмкіндігін жоюға көмектеседі.

Редакцияға жіберілген барлық ғылыми мақалалар міндетті түрде екі жақты құпия сараптамаға жіберіледі. Журналдың редакциялық алқасы мақаланың журнал тақырыбына және талаптарына сәйкестігін анықтайды, журналға тіркеу үшін оны алдын ала саралауға журналдың жауапты хатшысына жібереді. Ол қолжазбаның ғылыми құндылығын анықтап, мақала тақырыбына жақын ғылыми мамандықтары бар екі тәуелсіз сарапшыны анықтайды. Мақалаларды редакциялық алқа және редакциялық алқа мүшелері, сондай-ақ басқа елдерден тақырылған рецензенттер сараптайды. Мақаланы сараптау үшін рецензенттерді таңдау туралы шешімді бас редактор қабылдайды. Сараптау мерзімі 2-4 апта және рецензент өтініші бойынша оны 2 аптаға ұзартуға болады.

Редакция мен рецензент қарауға жіберілген жарияланбаған материалдардың құпиялылығына кепілдік береді. Жариялау туралы шешім журналдың редакциялық алқасы тексергеннен кейін қабылданады. Қажет болған жағдайда (редактор(лар) және/немесе рецензент(лер) тарапынан ескертулердің болуы) қолжазба авторларға қосымша түзетулерге жіберіледі, содан кейін ол қайта қаралады. Этика нормалары бұзылған жағдайда, мақаланы жариялаудан бас тарту құқығын Редакция өзіне қалдырады. Жауапты редактор мақалада плагиат деп есептеуге жеткілікті ақпарат болған жағдайда оны жариялауға рұқсат бермейді.

Авторлар редакцияға жіберілген материалдардың жаңа, бұрын жарияланбаған және түпнұсқа екендігіне кепілдік береді. Авторлар ғылыми нәтижелердің сенімділігі мен маңыздылығына, сондай-ақ ғылыми этика қағидаттарының сақталуына, атап айтқанда, ғылыми этиканы бұзылмауына (ғылыми деректерді қолдан жасау, зерттеу деректерін бұрмалауға әкелетін бұрмалау, плагиат және жалған бірлескен авторлық, қайталау, басқа адамдардың нәтижелерін иемдену және т.б.) тікелей жауапты.

Мақаланы редакцияға беру авторлардың мақаланы (түпнұсқада немесе басқа тілдерге немесе тілден аудармада) басқа журналға(ларға) жібермегенін және бұл материалдың бұрын жарияланбағанын білдіреді. Олай болмаған жағдайда мақала

авторларға «Авторлық құқықты бұзғаны үшін мақаланы жарияламау» деген шешіммен қайтарылады. Басқа автордың туындысының 10 пайыздан астамын, оның авторлығын және дереккөзге сілтемелерді көрсетпей сөзбе-сөз көшіруге жол берілмейді. Алынған үзінділер немесе мәлімдемелер автор мен дереккөзді міндетті түрде көрсете отырып ресімделуі керек. Шамадан тыс өзге материалдарды пайдалану, сондай-ақ кез келген нысандағы плагиат, соның ішінде дәйексіз дәйексөздер, басқа адамдардың зерттеулерінің нәтижелерін иемдену этикаға жатпайды және қабылданбайды. Зерттеу барысына қатынасқан барлық тұлғалардың үлесін мойындау қажет және мақалада зерттеуді жүргізуде маңызды болған жұмыстарға сілтемелер берілуі керек. Бірлескен авторлар арасында зерттеуге қатыспаған адамдарды көрсетуге жол берілмейді.

Автор(лар) жұмыстарында қателіктер байқалса, бұл туралы дереу редакторға хабарлап, түзету туралы ұсыныс беруі тиіс.

Қолжазбаны басып шығарудан бас тарту туралы шешім рецензенттердің ұсыныстарын ескере отырып, редакция алқасының отырысында қабылданады. Редакциялық алқаның шешімімен жариялауға ұсынылмаған мақала қайта қарауға қабылданбайды. Жариялаудан бас тарту туралы хабарлама авторға электрондық пошта арқылы жіберіледі.

Журналдың редакциялық алқасы мақаланы жариялауға рұқсат беру туралы шешім қабылдағаннан кейін редакциялық алқа бұл туралы авторға хабарлайды және жариялау шарттарын көрсетеді. Мақалаға берілген пікірлердің түпнұсқасы Журнал редакциясында 3 жыл сақталынады.

Этика научных публикаций

Редакционная коллегия и главный редактор научного журнала «Химический журнал Казахстана» (далее – Журнал) придерживаются принятых международных стандартов «Комитета этики по публикациям» (Committee on Publication Ethics – COPE) (<http://publicationethics.org/about>), «Европейской ассоциации научных редакторов» (European Association of Science Editors – EASE) (<http://www.ease.org.uk>) и «Комитета по этике научных публикаций» (<http://publicet.org/code/>).

Во избежание недобросовестной практики в публикационной деятельности (плагиат, изложение недостоверных сведений и др.) и в целях обеспечения высокого качества научных публикаций, признания общественностью, полученных автором научных результатов, члены редакционного совета, авторы, рецензенты, а также учреждения, участвующие в издательском процессе, обязаны соблюдать этические стандарты, нормы и правила и принимать все меры для предотвращения их нарушений. Соблюдение правил этики научных публикаций всеми участниками этого процесса способствует обеспечению прав авторов на интеллектуальную собственность, повышению качества издания и исключению возможности неправомерного использования авторских материалов в интересах отдельных лиц.

Все научные статьи, поступившие в редакцию, подлежат обязательному двойному слепому рецензированию. Редакция Журнала устанавливает соответствие статьи профилю Журнала, требованиям к оформлению и направляет ее на первое рассмотрение ответственному секретарю Журнала, который определяет научную ценность рукописи и назначает двух независимых рецензентов – специалистов, имеющих наиболее близкие к теме статьи научные специализации. Рецензирование статей осуществляется членами редакционного совета и редакционной коллегии, а также приглашенными рецензентами других стран. Решение о выборе того или иного рецензента для проведения экспертизы статьи принимает главный редактор. Срок рецензирования составляет 2-4 недели, но по просьбе рецензента он может быть продлен, но не более чем на 2 недели.

Редакция и рецензент гарантируют сохранение конфиденциальности неопубликованных материалов присланных на рассмотрение работ. Решение о публикации принимается редакционной коллегией Журнала после рецензирования. В случае необходимости (наличие замечаний редактора(-ов) и/или рецензента(-ов)) рукопись направляется авторам на доработку, после чего она повторно рецензируется. Редакция оставляет за собой право отклонить публикацию статьи в случае нарушения правил этики. Ответственный редактор не должен допускать к публикации информацию, если имеется достаточно оснований полагать, что она является плагиатом.

Авторы гарантируют, что представленные в редакцию материалы являются новыми, ранее неопубликованными и оригинальными. Авторы несут ответственность за достоверность и значимость научных результатов, а также соблюдение принципов научной этики, в частности, недопущение фактов нарушения научной этики (фабрикация научных данных, фальсификация, ведущая к искажению исследовательских данных, плагиат и ложное соавторство, дублирование, присвоение чужих результатов и др.)

Направление статьи в редакцию означает, что авторы не передавали статью (в оригинале или в переводе на другие языки или с других языков) в другой(-ие) журнал(ы) и что этот материал не был ранее опубликован. В противном случае статья немедленно возвращается авторам с формулировкой «Отклонить статью за нарушение авторских прав». Не допускается дословное копирование более 10 процентов работы другого автора без указания его авторства и ссылок на источник. Заимствованные фрагменты или утверждения должны быть оформлены с обязательным указанием автора и первоисточника. Чрезмерные заимствования, а также плагиат в любой форме, включая неоформленные цитаты, перефразирование или присвоение прав на результаты чужих исследований, неэтичны и неприемлемы. Необходимо признавать вклад всех лиц, так или иначе повлиявших на ход исследования, в частности, в статье должны быть представлены ссылки на работы, которые имели значение при проведении исследования. Среди соавторов недопустимо указывать лиц, не участвовавших в исследовании.

Если автором(-ами) обнаружена ошибка в работе, необходимо срочно уведомить редактора и вместе принять решение об исправлении.

Решение об отказе в публикации рукописи принимается на заседании редакционной коллегии с учетом рекомендаций рецензентов. Статья, не рекомендованная решением редакционной коллегии к публикации, к повторному рассмотрению не принимается. Сообщение об отказе в публикации направляется автору по электронной почте.

После принятия редколлекцией Журнала решения о допуске статьи к публикации редакция информирует об этом автора и указывает сроки публикации. Оригиналы рецензий хранятся в редакции Журнала в течение 3 лет.

Scientific Publication Ethics

The Editorial Board and Editor-in-Chief of the scientific journal the “Chemical Journal of Kazakhstan” (hereinafter referred to as the Journal) adhere to the accepted international standards of the “Committee on Publication Ethics” (Committee on Publication Ethics – COPE) (<http://publicationethics.org/about>), the “European Association of Science Editors” (European Association of Science Editors – EASE) (<http://www.ease.org.uk>) and the “Committee on Scientific Publication Ethics” (<http://publicet.org/code/>).

To avoid unfair practices in the publishing activities (plagiarism, false information, etc.) and in order to ensure the high quality of the scientific publications and public recognition of the scientific results, obtained by the author, the members of the Editorial Board, authors, reviewers, as well as institutions, involved in the publishing process, are obliged to comply with ethical standards, rules and regulations, and take all measures to prevent their violation. The compliance with the rules of the scientific publication ethics by all process participants contributes to ensuring the rights of authors to intellectual property, improving the quality of the publication and excluding the possibility of misuse of the copyrighted materials in the interests of the individuals.

All scientific articles submitted to the editors are subject to mandatory double-blind peer reviewing. The Editorial Board of the Journal determines the compliance of the article with the specificity of the Journal, the registration requirements and sends it for the first reviewing to the Executive Secretary of the Journal, who determines the scientific value of the manuscript and appoints two independent reviewers – the specialists with the scientific specializations closest to the topic of the article. The articles are reviewed by the members of the Editorial Board and the Editorial Staff, as well as the invited reviewers from the other countries. The decision to choose one or another reviewer for reviewing the article is made by the Editor-in-Chief. The reviewing period is 2-4 weeks, though at the request of the reviewer, it can be extended, but no more than for 2 weeks.

The editors and the reviewer guarantee the confidentiality of the unpublished materials submitted for reviewing. The decision to publish is made by the Editorial Board of the Journal after reviewing. If necessary (the presence of comments by the editor(s) and/or reviewer(s)) the manuscript is sent to the authors for revision, after which it is re-reviewed. The editors reserve the right to reject from the publication of the article in case of violation of the rules of ethics. The Executive Editor should not allow the information to be published if there is sufficient reason to believe that it is plagiarism.

The authors guarantee that the materials, submitted to the editors are new, previously unpublished and original. The authors are responsible for the reliability and significance of the scientific results, as well as compliance with the principles of scientific ethics, in particular, the prevention of violations of scientific ethics (fabrication of the scientific data, falsification leading to distortion of the research data, plagiarism and false co-authorship, duplication, appropriation of other people's results, etc.).

The submission of an article to the editor means that the authors did not submit the article (in the original or translated into or from the other languages) to the other Journal(s), and that this material was not previously published. Otherwise, the article is immediately returned to the authors with the wording “Reject the article for the copyright infringement.” The word-for-word copying of more than 10 percent of the work of another author is not allowed without indicating his authorship and references to the source. The borrowed fragments or statements should be drawn-up with the obligatory

indication of the author and source. Excessive borrowing, as well as plagiarism in any form, including inaccurate quotations, paraphrasing, or appropriation of the rights to the results of the other people's research, is unethical and unacceptable. It is necessary to recognize the contribution of all persons, who in one way or another influenced the course of the research, in particular, the article should provide links to the works, which were important in the research conduction. Among the co-authors, it is unacceptable to indicate persons, who did not participate in the research.

If the author(s) finds an error in the work, it is necessary to immediately notify the editor thereof, and together decide on the correction.

The decision to refuse from the publication of the manuscript is made at a Meeting of the Editorial Board, taking into account the recommendations of the reviewers. An article, which is not recommended by the decision of the Editorial Board for the publication, is not accepted for re-consideration. A notice of the refusal to publish is sent to the author by e-mail.

After the Editorial Board of the Journal makes a decision on the admission of the article for the publication, the Editorial Board informs the author thereof, and specifies the terms of the publication. The original reviews are kept in the Editorial Office of the Journal for 3 years.

Технический секретарь: *Ж.Б.Узакова*

Подписано в печать 18.09.2023г.
Формат 70x100 ¹/₁₆. 10.12 п.л. Бумага офсетная. Тираж 300.

Типография ИП «Гойходжаев Н.О.
г.Алматы, Алмалинский район, ул. Нурмакова, 26/195 кв. 49
e-mail: iparuna@yandex.ru