

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»

4(84)

ОКТАБРЬ – ДЕКАБРЬ 2023 г.

ИЗДАЕТСЯ С ОКТАБРЯ 2003 ГОДА

ВЫХОДИТ 4 РАЗА В ГОД

АЛМАТЫ
2023

Журналдың бас редакторы

Директор

Тасибеков Х.С. - х.ғ.к., асоц. 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.**, Өзірбайжан ҰҒА корр.-мүшесі, х.ғ.д., проф. (Өзірбайжан); **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 (А26F3Y1), 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: «Нұрай Принт Сервис» ЖШС
Алматы, көш. Мұратбаева 75, 3
email: iparuna@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: ТОО "Нурай Принт Сервис" г. Алматы, ул. Муратбаева 75, 3 email: 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: Nurai Print Service LLP
Almaty, st. Muratbaeva 75, 3
email: iparuna@yandex.ru

ANALGESIC ACTIVITY OF COMPLEX OF O-BENZOYLOXIME OF 3,7-DIAZABICYCLO[3.3.1]NONAN-9-ONE WITH β -CYCLODEXTRIN

N.A. Togyzbaeva¹, N.S. Sikhanova¹, A.B. Kaldybayeva^{2,3}, A.E. Malmakova^{2*}

¹Korkyt ata Kyzylorda University, Kyzylorda, Kazakhstan

²A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences, Almaty, Kazakhstan

³Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: malmakova@mail.ru

Abstract. *Introduction.* Pain syndrome is the most common phenomenon in medical practice. Despite the variety of drugs availability, the search for new highly effective analgesics for pain management remains the most important goal. *The purpose of the work:* directed synthesis of potential biological active diazabicyclononanone series compounds based on 1-(2-ethoxyethyl)piperidin-4-one, modifying the structure of diazabicyclononanone with various pharmacophore functional groups and determining their biological properties. *Results and discussions:* 3-(2-Ethoxyethyl)-7-cyclopropanemethyl-3,7-diazabicyclo[3.3.1]nonan-9-one have been synthesized by Mannich reaction of 1-(2-ethoxyethyl)piperidin-4-one with the primary amine 3-cyclopropylmethylamine and paraform in glacial acetic acid and methanol. In order to obtain a compound with pharmacological activity 3,7-diazabicyclononanone have been obtained out by the Huang-Minlon reduction reaction, and as a result, 3-(2-ethoxyethyl)-7-cyclopropanemethyl-3,7-diazabicyclo[3.3.1]nonane was isolated with a yield of 74.2 %. Oxymylation of 3,7-diazabicyclononanone was carried out by heating in the presence of pyridine and hydroxylamine hydrochloride in ethyl alcohol for 20-25 h. Synthesised oxime after heating with benzoyl chloride in the presence of absolute benzene for 6-7 h led to *O*-benzoyloxime. Encapsulation of *O*-benzoyloxime was resolved using β -cyclodextrin. As a result, an amorphous powder complex was obtained. Structure and composition of newly synthesized 3-(2-ethoxyethyl)-7-cyclopropanemethyl-3,7-diazabicyclo[3.3.1]nonan-9-one, bispidine, oxime and *O*-benzoyloxime clarified with the help of methods as IR, ¹³C and ¹H NMR spectroscopy and elemental analysis. *Conclusion:* Biological activity of complex of *O*-benzoyloxime of 3-(2-ethoxyethyl)-7-cyclopropylmethyl-3,7-diazabicyclo[3.3.1]nonan-9-one with β -cyclodextrin with laboratory code NA-332 has been studied at the Institute of General Genetics and Cytology. As a result of biological screening, it was found that the complex of *O*-benzoyloxime of 3-(2-ethoxyethyl)-7-cyclopropylmethyl-3,7-diazabicyclo[3.3.1]nonan-9-one with β -cyclodextrin shows higher analgesic activity than tramal and has complete analgesia. The results of studies determine the acute toxicity of HA-332 lower than tramal.

Keywords: 3,7-substituted 3,7-diazabicyclo[3.3.1]nonan-9-one, bispidine, oxime, *O*-benzoyloxime, β -cyclodextrin, complex, analgesic activity.

Citation: Togyzbaeva N.A., Sikhanova N.S., Kaldybayeva A.B., Malmakova A.E. Analgesic activity of complex of *O*-benzoyloxime of 3,7-diazabicyclo[3.3.1]nonan-9-one with β -cyclodextrin. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 4(84), 5-17. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.35>

<i>Togyzbaeva Nurila Abylkairkyzy</i>	<i>Korkyt ata Kyzylorda University, senior lecturer, candidate of Chemical Sciences, e-mail: nurila2009@mail.ru</i>
<i>Sikhanova Nurgul Sagindikovna</i>	<i>Korkyt ata Kyzylorda University, senior lecturer, PhD, e-mail: muhtasar_08@mail.ru</i>
<i>Kaldybayeva Altnay Bekbolkyzy</i>	<i>A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences, scientific researcher, Al-Farabi Kazakh National University, senior lecturer, PhD, e-mail: altin_28.94@mail.ru</i>
<i>Malmakova Aigul Erbosynovna</i>	<i>A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences, leading researcher, PhD, e-mail: malmakova@mail.ru</i>

3,7-ДИАЗАБИЦИКЛО[3.3.1]НОНАН-9-ОН О-БЕНЗОИЛОКСИМИ β-ЦИКЛОДЕКСТРИНМЕН КОМПЛЕКСІНІҢ АНАЛЬГЕТИКАЛЫҚ БЕЛСЕНДІЛІГІ

Н.Ә.Тогызбаева¹, Н.С. Сиханова¹, А.Б.Қалдыбаева^{2,3}, А.Е.Малмакова^{2}*

¹*Қорқыт Ата атындағы Қызылорда Университеті, Қызылорда, Қазақстан*

²*Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты, Алматы, Қазақстан*

³*әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан*

^{*}*E-mail: malmakova@mail.ru*

Түйіндеме. *Кіріспе.* Ауырсыну синдромы - медицина тәжірибесінде ең көп кездесетін құбылыс. Дәрілік заттардың әр алуандығына карамастан ауырсынуды емдеу үшін жана жоғарғы әсерлі ауырсынуды басатын препараттар іздеу басты мақсаттардың (бірі болып қала береді). *Жұмыстың мақсаты:* 1-(2-Этоксизтил)пиперидин-4-он негізінде потенциалды биологиялық белсенді диазабициклононанон қатары қосылыстарының бағытты синтезін диазабициклононанон құрылымына түрлі фармакофорлы функционалды топтарды енгізу арқылы модифицирлеу және биологиялық қасиетін анықтау. *Нәтижелер мен талқылаулар:* Манних реакциясы бойынша 1-(2-этоксизтил)пиперидин-4-оннан біріншілік амин 3-циклопропилметиламин және параформмен мұзды сірке қышқылы мен метанолды ортада 3-(2-этоксизтил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он синтезделінді. Фармакологиялық белсенділікке не қосылыс алу мақсатында Хуан-Минлон бойынша 3,7-диазабициклононанонды тотықсыздандыру реакциясы жүргізіліп, нәтижесінде 3-(2-этоксизтил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан 74.2 % шығыммен бөлініп алынды. 3,7-Диазабициклононанонды оксимилірлеу этил спирті ортасында пиридин мен гидроксилламиннің гидрохлориді қатысында 20-25 сағ қыздыру арқылы жүргізілді. Алынған оксимді абсолютті бензол қатысында хлорлы бензоилмен 6-7 сағ қыздырғанда, О-бензоилоксим түзілді. О-Бензоилоксимді капсулирлеу β-циклодекстрин көмегімен шешілді. Нәтижесінде аморфты ұнтақ түрдегі комплекс алынды. Жаңа синтезделінген 3-(2-этоксизтил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он, биспидин, оксим мен О-бензоилоксим құрылысы мен құрамы ИК, ¹³С пен ¹Н ЯМР спектроскопия және элементтік сараптама әдістері көмегімен нақтыланды. *Қорытынды:* 3-(2-Этоксизтил)-7-циклопропилметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он О-бензоилоксимі β-циклодекстринмен комплексі НА-332 зертханалық белгісімен Жалпы генетика және цитология институтында биологиялық белсенділігі зерттелді. Биологиялық скрининг нәтижесінде 3-(2-этоксизтил)-7-циклопропилметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он О-бензоилоксимі β-циклодекстрин комплексі трамалға қарағанда жоғары анальгетикалық белсенділік көрсетіп, толық анальгезияға ие болатындығы анықталды. Зерттеулер нәтижелері НА-332 уыттылығының трамалдікінен екі есе төмен екенін көрсетті.

Түйін сөздер: 3,7-Диорынбасқан 3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он, биспидин, оксим, О-бензоилоксим, β-циклодекстрин, комплекс, анальгетикалық белсенділік.

<i>Тогызбаева Нұриала Әбілқайырқызы</i>	<i>Аға оқытушы, химия ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Сиханова Нұрғұл Сағындыққызы</i>	<i>Аға оқытушы, PhD</i>
<i>Қалдыбаева Алтынай Бекболқызы</i>	<i>Ғылыми қызметкер, аға оқытушы, PhD</i>
<i>Малмакова Айгүл Ербосыңқызы</i>	<i>Жетекші ғылыми қызметкер, PhD</i>

1. Кіріспе

Қазіргі таңда адамазат қолжеткізген ғылым, медицина және техника салаларындағы жетістіктеріне қарамастан, созылмалы ауырсыну синдромымен күрес әлі де аяқталмаған. Медицинада қолданылып жүрген анальгетиктердің жанама әсерлерін айтпағанда, нарықтағы шетелдік анальгетиктер бағасы бойынша экономикалық тиімсіздігі жаңа жоғары эффективті әрі денсаулыққа қауіпсіз анальгетик препараттарды іздеу маңыздылығын нақтылайды [1-3].

Көп жылдар ҚР ҰҒА академигі, мемлекеттік сыйлықтарының лауреаты Қ.Ж. Пірәлиевтің жетекшілігімен «Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты» АҚ Синтетикалық және табиғи дәрілік заттар химиясы зертханасында фармакологиялық әсер ету спектрі кең пиперидин негізіндегі бицикл туындылары синтезделініп, олардың биологиялық мүмкіндік қырларына зерттеу мақсатты түрде жүзеге асырылды. Алынған заттардың химиялық құрылысы мен олардың реакциялық қабілеттілігі, спектрлік қасиеттері, биологиялық белсенділігі арасындағы байланыс туралы мәнді тұжырым жасауға болатын жаңа ғылыми мәліметтер қоры жинақталып, биологиялық сынақтар N,N-диорынбасқан-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонандардың анальгетикалық, иммунды ынталандырғыш, жергілікті анестизирлеуші қасиетке ие екендігін айқындады [4-7].

1-(2-Этоксизтил)-4-оксипиперидиннің (просидол кетоны) жоғары синтетикалық потенциалы мен нарықта қолжетімділігі осы кетонның моноциклді және бициклді қатардағы фармакологиялық белсенді қосылыстардың мақсатты синтоны ретінде қолданылуына негіз болды. Азот атомдарының біреуі арилалкил немесе азагетероциклалкилдік топтарды орынбасушылар ретінде енгізу арқылы қосымша фармакофорлық топтармен биспидиндер құрылымын модифицерлеу кең спектрлі фармакологиялық әсерлері бар жаңа қосылыстардың синтезделінуіне алып келетінін ескеріп, циклопропилметил тобын 1-(2-этоксизтил)-4-оксипиперидинмен конденсациялау жүзеге асырылды.

2. Тәжірибелік бөлім

Реакцияның жүру барысы мен қосылыстардың жекелігі жұқа қабатты хроматография (ЖҚХ) әдісімен белсенділігі үшінші дәрежелі алюминий оксидін қолданып, йод буында айқындау арқылы бақыланды. Қосылыстар ИҚ спектрі «Nicolet 5700 FT-IR» спектрометрінде KBr таблеткасында және жұқа қабатты пленкада жазылды. ЯМР ^{13}C және ^1H спектрінде зерттелетін қосылыстар CDCl_3 еріткішін қолданып, «Varian» фирмасының «Mercury-

300» ЯМР спектрометрінде (300 және 100 МГц) жазылды. Ішкі стандарт - ТМС. 3-Циклопропилметиламин Aldrich компаниясынан сатып алынды. О₂ және/немесе Н₂О сезімтал реакциялар алдын ала құрғатылып тазартылған еріткіштермен инертті газ атмосферасында орындалды.

3-(2-Этоксипропил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он (2). Механикалық араластырғыш, кері салқындатқыш және тамызғышпен жабдықталған үш мойынды колбаға 15 г (0.1695 моль) 3-циклопропанметиламин, 10 г (0.339 моль) параформальдегид, 10 мл сірке қышқылы мен 7 мл концентрленген тұз қышқылы орналастырылған соң, 22 мл деоксигенизирленген метанол құйылып, 15 мин инертті газ атмосферасында араластырылды. 29 г (0.1695 моль) 1-(2-этоксипропил)-4-кетопиперидин (**1**) 10 мл сірке қышқылында ерітіліп, тамшылатып қосылды. 65-70 °С қыздырылды. 10 сағ кейін параформальдегидтің екінші эквивалентін салып, сол температурада 12 сағ араластырылды. Реакция аяқталған соң, реакциялық қоспа 30 мл сумен сұйылтылып, диэтил эфирімен (4x20 мл) экстракцияланды. Одан кейін сулы қабаты рН 12 дейін сілтілендіріліп, хлороформмен (5x20 мл) экстракцияланды. Органикалық қабат MgSO₄ қатысында кептірілді. Алынған өнім вакуумда айдалды. Қайн. темп. 168-173 °С (1-2 мм сын.бағ.), R_f 0.41 (Al₂O₃ бензол:изопропанол, 6:1), n_D²⁰ 1.5029 23.8 г (теориялық шығымнан 64.1 %) *нонан-9-он (2)* алынды.

Табылғаны, % : С 67.89; Н 9.68. C₁₅H₂₆N₂O₂.

Есептелгені, % : С 67.92; Н 9.66.

ІҚ спектр, ν, см⁻¹(KBr): 1740 (C=O); 1112 (C-O-C).

ЯМР Н¹ спектр (300 МГц, CDCl₃), δ, м.ү. (J, Гц): 2.56 (2H, м, 1,5H_c); 2.80 (2H, дд, ²J=10.8, ³J=6.0, 6,8H_a); 3.06 (2H, дд, ²J=10.8, ³J=3.0, 6,8H_c); 2.91 (2H, дд, ²J=10.8, ³J=6.0, 2,4H_a); 3.01 (2H, дд, ²J=10.8, ³J=3.0, 2,4H_c); 2.62 (2H, т, J=6.0, 10CH₂); 3.52 (2H, т, J=6.0, 11CH₂); 3.47 (2H, кв, J=6.0, 12CH₂); 1.18 (3H, т, J=6.6, 13CH₂); 2.55 (2H, м, 14CH₂); 2.47 (1H, м, 15CH₂); 2.46 (2H, т, J=4.5, 16CH₂); 3.69 (2H, т, J=4.5, 17CH₂).

ЯМР C¹³ спектр (100 МГц, CDCl₃), δ, м.ү. (J, Гц): 46.8 (C_{1,5}); 58.8 (C_{2,4}); 58.3 (C_{6,8}); 215.1 (C₉); 56.1 (C₁₀); 68.5 (C₁₁); 66.3 (C₁₂); 15.2 (C₁₃); 61.8 (C₁₄); 8.6 (C₁₅); 3.8 (C₁₆).

3-(2-Этоксипропил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан (3). Механикалық араластырғышпен және кері салқындатқышпен жабдықталған үш мойынды колбаға 2 г (0.012 моль) 3-(2-этоксипропил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он (**2**), 2.88 г (0.09 моль) гидразин гидрат (99 % ерітінді) және 30 мл триэтиленгликоль құйылды. 60 °С араластыра отырып, 3.74 г КОН қосылды. Одан соң реакциялық қоспа 150 °С температурада қыздырылды. 3 сағ соң, су мен гидразин гидрат су сорғысынмен айдалды. Реакциялық қоспа бөлме температурасына дейін салқындатылып, 20 мл су қосылған соң, диэтил эфирімен экстракцияланды. Экстракт MgSO₄ үстінде кептірілді. Алынған өнім вакуумда айдалды. n_D²⁰ 1.4811, R_f 0.50 (бензол:изопропанол 6:1) 2 г (теориялық шығымнан 74.2 %) *нонан (3)* алынды.

Табылғаны, % : С 70.85; Н 11.23. C₁₅H₂₈N₂O.

Есептелгені, % : С 71.42; Н 11.11.

ЯМР ¹H спектр (300 МГц, CDCl₃), δ, м.ү. (J, Гц): 1.90 (2H, м, J=15, 1,5H_e); 2.21 (2H, дд, ²J=10.8, ³J=3.9, 6,8H_a); 2.80 (2H, дд, ²J=10.8, ³J=1.8, 6,8H_e); 2.31 (2H, дд, ²J=10.8, ³J=3.9, 2,4H_a); 2.90 (2H, дд, ²J=10.8; ³J=1.8, 2,4H_e); 1.47 (2H, м, 9H_a,H_e); 2.47 (2H, т, J=6.0, 10CH₂); 3.55 (2H, т, J=6.0, 11CH₂); 3.48 (2H, кв, J=6.9, 12CH₂); 2.46 (3H, м, 13CH₂); 2.40 (2H, м, 14CH₂); 2.50 (1H, т, J=4.5, 15CH₂); 3.71 (4H, т, J=4.5, 16,17CH₂).

ЯМР C¹³ спектр (100 МГц, CDCl₃), δ, м.ү. (J, Гц): 29.8 (C_{1,5}); 58.3 (C_{2,4}); 57.7 (C_{6,8}); 31.7 (C₉); 59.1 (C₁₀); 67.2 (C₁₁); 66.4 (C₁₂); 15.1 (C₁₃); 61.3 (C₁₄); 7.6 (C₁₅); 3.9 (C₁₆).

3-(2-Этоксиптил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-онның оксими (4). Механикалық араластырғыш, тамшылатқыш құйғымен және хлорлы кальций түтігімен жабдықталған үш мойынды колбадағы 3 г (0.0085 моль) 3-(2-этоксиптил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-онға (2) 40 мл этил спиртін және 1.03 г (0.012 моль) пиридин құйылып, араластыра отырып 1,54 г (0.0221 моль) гидроксиламиннің гидрохлоридін қосылды. Реакциялық қоспа 85-90 °С температурада 20 сағ қайнатылды. Еріткіш буландырылып, қалдығы 5 мл суда ерітілді. рН 12 болғанша NaOH көмегімен сілтілендіріліп, хлороформмен экстракцияланды. Экстракт MgSO₄ қатысында кептірілді. Қалдық ыстық гексанмен шайылды. Түзілген тұнба бөлініп, кептірілді. R_f 0.52 2.80 г (теориялық шығымнан 89.4 %) оксим (4) алынды.

Табылғаны, % : С 63.96; Н 9.34. C₁₅H₂₇N₃O₂.

Есептелгені, % : С 63.93; Н 9.35.

ИҚ спектр, ν, см⁻¹ (KBr): 1675 (C=N).

ЯМР C¹³ спектр (100 МГц, CDCl₃), δ, м.ү. (J, Гц): 30.2 (C₁); 36.8 (C₅); 58.8 (C₂); 57.9 (C₄); 56.7 (C₆); 56.8 (C₈); 160.7 (C₉).

3-(2-Этоксиптил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он О-бензоилоксими (5). 0.96 г (0.0031 моль) 3-(2-этоксиптил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он оксими (4) 0.44 мл (0.0031 моль) хлорлы бензоил 15 мл қосылып, абсолютті бензол ортада қоспа 5 сағ қыздырылды. Реакциялық қоспадан еріткіш айдалып, қалдық су және поташпен өңделді. Сулы-сілтілі ерітінді хлороформмен экстракцияланып, MgSO₄ қатысында кептірілді. R_f 0.89 0.85 г (теориялық шығымнан 88.9 %) О-бензоилоксим (5) май түрінде алынды.

Табылғаны, % : С 69.05; Н 8.30. C₂₂H₃₁N₃O₃.

Есептелгені, % : С 69.07; Н 8.27.

ИҚ спектр, ν, см⁻¹(KBr): 1743 (C=O); 1675 (C=N).

ЯМР C¹³ спектр (100 МГц, CDCl₃), δ, м.ү. (J, Гц): 33.5 (C₁); 37.2 (C₅); 58.5 (C₂); 58.3 (C₈); 55.9 (C₄); 56.2 (C₆); 164.2 (C₉); 171.0 (C=O); 133.1, 129.5, 128.3, 126.9 (Ar).

3-(2-Этоксиптил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он О-бензоилоксими β-циклодекстринмен комплексі (6). 0.60 г (0.0016

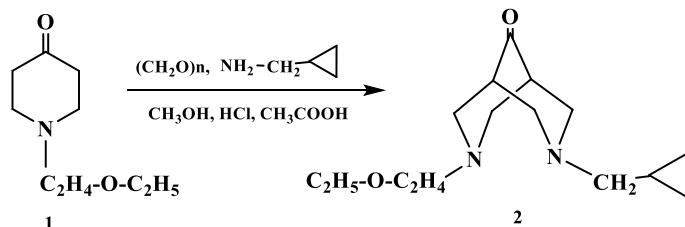
моль) 3-(2-этоксиэтил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он *O*-бензоилоксимі (5) 30 мл этил спиртінде, 1.04 г (0.0009 моль) β-циклодекстрин 90 мл дистилденген суда ерітілді. Дайынлаған 2 ерітінді қыздырылып араластырылды. Ерітікіштер кептіргіш шкафта 50-55 °С буландырылды. 1.04 г комплекс (6) аморфты ұнтақ түрінде алынды.

Табылғаны, % : С 50.56; Н 6.67. $C_{64}H_{101}N_3O_{38}$.

Есептелгені, % : С 50.55; Н 6.64.

3. Тәжірибе нәтижелерін талқылау

Манних реакциясы бойынша 1-(2-этоксиэтил)пиперидин-4-онның (1) мұзды сірке қышқылды-метанолды ортада біріншілік амин 3-циклопропилметиламинмен және параформмен әрекеттесуімен, 3-(2-этоксиэтил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он (2) 64.1 % шығыммен синтезделінді.



Алынған шикі өнімді төменгі қысымда (2 мм сын.бағ.) айдаған кезде май тәрізді бициклді кетон (2) бөлінді.

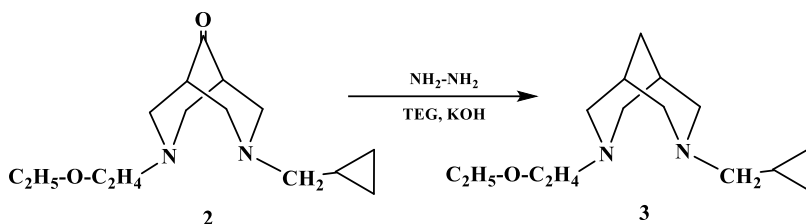
Жаңа 3-(2-этоксиэтил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-онның (2) құрылысы ИК, ^{13}C және 1H ЯМР спектроскопия әдістері көмегімен анықталды. ИК спектрінде карбонил тобының валенттік тербеліс жолағы 1740 см^{-1} облыста байқалды.

3-(2-Этоксиэтил)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-онның (2) конформациясын анықтау үшін Карплус заңдылығы қолданылды, яғни 1H және 5H ангулярлық протондардың көршілес протондармен ССӘК тәуелділігі пиперидин циклінің конформациясын анықтауға мүмкіндік береді [8].

3,7-Диазабицикло[3.3.1]нонан-9-онның (2) ЯМР 1H спектрлерінде 2.80-2.91 м.ү. облысында аксиалды $H_{2a,4a}$ және $H_{6a,8a}$ протондардың дублет дублет сигналдарының спин-спин әрекеттесу константалары ($^2J=10.8\text{ Гц}$; $^3J=6.0\text{ Гц}$) бір күшті геминалды және бір аксиалды-экваториалды әсерлесуі бар екендігін дәлелдейді. Экваториалды $H_{2e,4e}$ және $H_{6e,8e}$ протондардың сигналдары 3.01-3.06 м.ү. облысында спектрдің әлсіз бөлігінде дублет-дублет ($^2J=10.8\text{ Гц}$; $^3J=3.0\text{ Гц}$) түрінде байқалды. $H_{2,4,6,8}$ протондарының ССӘК пиперидиндік циклдердің кресло-кресло конформациясында болатынын дәлелдейді.

Қосылыстың (2) ЯМР ^{13}C спектрінде карбонил тобының көміртек атомының әлсіз сигналы синглетті сигнал түрінде 215.1 м.ү. пайда болды. $\text{C}_{1,5}$ дублет сигналдары 46.8 м.ү. облыста және $\text{C}_{2,4}$ және $\text{C}_{6,8}$ көміртек атомдарының триплетті сигналдары 58.3-58.8 м.ү. екі еселік интенсивтілігімен бициклді өнімнің түзілгендігін дәлелдейді. Осылайша, пиперидин сақиналары 3-(2-этоксипропан)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он (2) молекуласында «кресло-кресло» конформациясында болатындығы анықталды.

Фармакологиялық белсенділікке ие қосылыстар алу мақсатында Хуан-Минлон реакциясы жағдайларында 3,7-диазабициклононанон (2) тотықсыздандырылып, нәтижесінде 3-(2-этоксипропан)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан (3) 74.2 % шығыммен синтезделінді.



Бициклді аминнің (3) ИҚ спектріндегі карбонил тобының жұтылу жолағының жоғалуы мақсатты заттың түзілгендігін көрсетеді.

Диазабициклононның (3) ЯМР ^{13}C спектрінде бастапқы кетонның карбонил тобына тән көміртек атомының сигналының жоғалуы, ал спектрдің күшті өрісінде (31.7 м.ү.) 9-орында метилен тобындағы көміртек атомының триплеттік сигналының байқалуы, $\text{C}_{1,5}$ дублетті сигналдарының спектрдің күшті өрісіне (29.8 м.ү.) қарай ығысуы, $\text{C}_{2,4}$ және $\text{C}_{6,8}$ сигналдары 57.7-58.3 м.ү. облысында байқалуы мақсатты нонанның түзілгендігін дәлелдейді.

Нонанның (3) ЯМР ^1H спектрінде $\text{C}_{2,4}$ және $\text{C}_{6,8}$ аксиалды протондары 2.21-2.31 м.ү. облысында дублет ($J^3=3.9$ Гц) дублеттері ($J^2=10.8$ Гц) түрінде және $\text{C}_{2,4,6,8}$ 2.80-2.90 м.ү. экваториалды протондар сигналы дублеттердің ($J^3=1.8$ Гц) дублеттері ($J^2=10.8$ Гц) түрінде байқалды. $\text{H}_{2,4,6,8}$ протондарының ССӘК пиперидиндік циклдердің кресло-кресло конформациясында болатынын дәлелдейді.

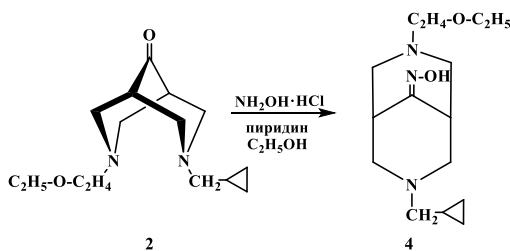
$\text{C}_{1,5}$ жанындағы протон сигналдары спектрдің күшті бөлігінде (1.90 м.ү.) күрделі мультиплет түрінде көрінді. 3,7-Диазабицикло[3.3.1]нонан (3) спектрінде H_9 сигналы 1.47 м.ү. аймақта мультиплет түрінде байқалды. Бұл протонның эквиваленттілігін азот атомының әртүрлі орынбасушылары бұзады, олардың химиялық ығысуларында үлкен айырмашылық болғандықтан, мультиплет сигналын береді.

Осыған байланысты, 3,7-диазабицикло[3.3.1]нонанның (3) пиперидин сақиналарында «кресло-кресло» конформациясы сақталатындығын көрсетеді.

Оксимдердің және олардың күрделі эфирлерінің биологиялық белсенділігі жоғары екендігі белгілі [9].

Наркотикалық емес анальгетикалық немесе антиопиатты әсер беретін биспидиннің жаңа туындыларын синтездеу мақсатымен 3-(2-этоксиэтил)-7-циклопропилметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-онның (2) гидроксилламинмен әрекеттесуі зерттелді.

3,7-Диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он және оның алкилді аналогы гидроксилламинмен қалыпты жағдайда реакцияға түспейді [10], сондықтан реакция күшті оксимилдеуші агент (пиридин қатысында гидроксилламиннің гидроклориді спиртті ортада) көмегімен жүреді. Реакциялық қоспаны 20-25 сағ қыздырғанда, 3-(2-этоксиэтил)-7-циклопропилметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он оксими (4) 89.4 % шығыммен алынды.

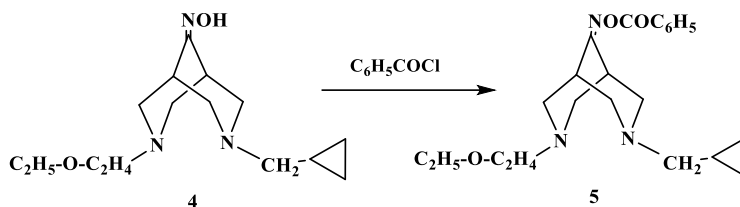


Оксимнің түзілуі ИҚ спектрінде карбонил тобының жұтылу жолақтарының жоғалуымен, C=N байланысының 1675 см^{-1} және гидроксил тобының 3224 см^{-1} аймағында жұтылу жолақтарының пайда болуымен айғақталды.

Қосылыстың ЯМР ^{13}C спектрінде карбонил тобына сәйкес көміртегі атомы сигналы жоғалып, 160.7 м.ү. C=N тобына сәйкес сигнал байқалды. C_1 және C_5 көміртегі атомдары сигналдары бастапқы кетонмен салыстырғанда әлсіз өріске ығысып, $30,2$ және $36,8\text{ м.ү.}$ аймағынан көрінді. Бұл оксим тобын 9-жағдайға енгізгенде молекула симметриясының өзгеруімен түсіндіріледі. Бициклді оксимнің (4) ЯМР ^1H спектрінде ангулярлы протондар (1H және 5H) 2.62 және 3.64 м.ү. аймағында жеке сигнал түрінде, спектрдің әлсіз өріс аймағында 9.67 м.ү. облысында оксим тобы протонның кеңейген сигналы байқалды.

Циклдегі $\text{H}_{2,4,6,8}$ протондардың вициналды спин-спиндік әсерлесу константа мәндері $2.1-5.4\text{ Гц}$ құрайды, бұл биспидинон оксимиінің «кресло-кресло» конформациясында болатындығын дәлелдейді.

3,7-Диорынбасқан 3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он оксимиі (4) абсолютті бензол қатысында хлорлы бензоилмен 6-7 сағат қыздырғанда, 88.9% жоғары шығыммен *O*-бензоилоксим (5) синтезделді.



ИҚ спектрде (5) гидроксил тобының жұтылу жолақтары жоғалып, күрделі эфирдің C=O байланысына (1743 см⁻¹) тән интенсивті жұтылу жолағы және фенил радикалының жұтылу жолағы пайда болды.

Синтезделген қосылыстың май тәріздес өнім болуы оны ары қарай сақтау мен қолдануда қиындық туғызады. Препараттың агрегаттық күйін өзгерту мәселесі β-циклодекстрин комплексі көмегімен шешілді [11-14].

Анальгетикалық белсенділік. Ауыру синдромы медициналық тәжірибеде ең көп кездесетін симптом болып табылады. Жаңа синтезделген 3-(2-этоксипропил)-7-циклопропилметил-3,7-дизабидицикло[3.3.1]нонан-9-он О-бензоилоксимі β-циклодекстрин комплексінің Жалпы генетика және цитология институтында НА-332 зертханалық белгісімен анальгетикалық белсенділігі пен өткір уыттылығы зерттелінді.

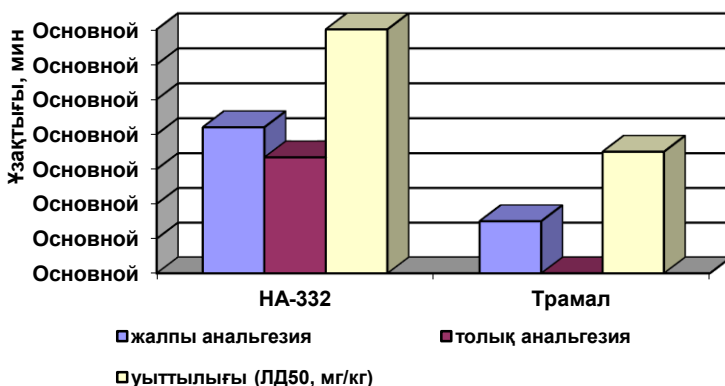
Қосылыстың өткір уыттылығы 17-23 г салмақты арнайы тұқымдастығы жоқ ақ тышқандарға бір рет тері астына инъекция жасау арқылы зерттелініп, НА-332 уыттылығы трамалдан екі есе төмен екені анықталды.

НА-332 анальгетикалық белсенділігі «Tail-flick» - «құйрықты тартып қалу» эксперименті көмегімен модельді егеуқұйрықтар құрсағына 1 мг/кг дозасында енгізу арқылы эффекттің басталу уақыты, анальгезияның ұзақтығы, толық анальгезияның ұзақтығы көрсеткіштері трамал көрсеткіштерімен салыстырыла жүргізілді. Скрининг нәтижелері 1 кестете ұсынылған.

Кесте 1 - 3-(2-Этоксипропил)-7-циклопропилметил-3,7-дизабидицикло[3.3.1]нонан-9-он О-бензоилоксимі β-циклодекстрин комплексі және трамалдың анальгетикалық белсенділігі

Препарат	Эффектінің басталу уақыты	Жалпы әсер ұзақтығы, мин	Толық анальгезияның ұзақтығы, мин
НА-332	5 минут	210 мин	166.7±23.2
Трамал	5 минут	75.0±9.1	-

Зерттеулер көрсеткендей, НА-332 эффект ұзақтығы бойынша трамалдан 2.8 есеге әсерлі болып шықты. НА-332 толық анальгезияның ұзақтығы 166.7±23.2 мин, жалпы әсердің ұзақтығы 210 мин құрағанда, трамалдың жалпы әсер ұзақтығы 75.0±9.1 мин (1-сурет).



Сурет 1 - 3-(2-Этоксизтил)-7-циклопропилметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он *O*-бензоилоксимі (6) β -циклодекстринмен комплексінің ұйттылығы және анальгетикалық белсенділігі

3-(2-Этоксизтил)-7-циклопропилметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он *O*-бензоилоксимі β -циклодекстрин комплексі трамалға қарағанда жоғары анальгетикалық белсенділік көрсетіп, толық анальгезияға ие болды. 3-(2-Этоксизтил)-7-циклопропилметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он *O*-бензоилоксимі β -циклодекстрин комплексі әрі қарай тереңдетілген биологиялық зерттеулерге ұсынылды.

4. Қорытынды

Жаңа синтезделген 3-(2-этоксизтил)-7-циклопропилметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он туындылары Жалпы генетика және цитология институтында фармакологиялық белсенділік бойынша бірнеше скринингтен өтіп, НА-332 зертханалық белгісімен зертеуге ұсынылған. НА-332 препараты «Tail-flick» скринингі кезінде 1 мг/кг дозасында егеуқұйрықтардың тері астына енгізгенде, эффекттің басталу уақыты, анальгезияның ұзақтағы және толық анальгезияның ұзақтығы көрсеткіштері бойынша медициналық практикада қолданылатын трамал анальгетигі көрсеткішінен айтарлықтай әсерлілігі жоғары болды. НА-332 толық анальгезияның ұзақтығы 166.7 ± 23.2 мин, жалпы әсердің ұзақтығы 210 мин, ал трамалдың жалпы әсер ұзақтығы 75.0 ± 9.1 минутты құрады, яғни эффект ұзақтығы бойынша трамалдан 2.8 есеге әсерлі болып шықты.

Қаржыландырылу. Зерттеу жұмысы Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігі Ғылым Комитеті 2023-2025 жылдарға арналған «Ә.Б. Бектұров атындағы Химия ғылымдары институты» АҚ №АР19675500 «Функционалды түрде алмастырылған аза-және/немесе диаза-циклогександармен β -циклодекстриннің комплекс түзу заңдылықтарын зерттеу» жобасы аясында орындалды.

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

**АНАЛЬГЕТИЧЕСКАЯ АКТИВНОСТЬ КОМПЛЕКСА
О-БЕНЗОИЛОКСИМА 3,7-ДИАЗАБИЦИКЛО[3.3.1]НОНАН-9-ОНА
С β-ЦИКЛОДЕКСТРИНОМ**

Н.А.Тогызбаева¹, Н.С.Сиханова¹, А.Б.Қалдыбаева^{2,3}, А.Е.Малмакова^{3}*

¹Қызылординский университет имени Коркыт Ата, Қызылорда, Қазақстан

²Институт химических наук имени А.Б. Бектурова, Алматы, Қазақстан

³Қазақский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Қазақстан

*E-mail: malmakova@mail.ru

Резюме. *Введение.* Болевой синдром – наиболее распространенное явление в медицинской практике. Несмотря на разнообразие препаратов, поиск новых высокоэффективных анальгетиков для купирования боли остается важнейшей задачей. *Цель работы:* направленный синтез потенциально биологически активных соединений диазабициклононанового ряда на основе 1-(2-этоксипиперидин-4-она, модификация структуры диазабициклононона путем введения различных фармакофорных функциональных групп и определение их биологических свойств. *Результаты и обсуждение:* Реакцией Манниха 1-(2-этоксипиперидин-4-он реагируя с первичным амином 3-циклопропилметиламин и параформом в ледяной уксусной кислоте и метаноле привело к синтезу 3-(2-этоксипиперидин-4-он)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-она. С целью получения соединения, обладающего фармакологической активностью, была проведена реакция восстановления Хуанга-Минлона 3,7-диазабициклононона, в результате получен 3-(2-этоксипиперидин-4-он)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан с выходом 74,2 %. Оксимирование 3,7-диазабициклононона проводили нагреванием в присутствии пиридина и гидрохлорида гидроксилamina в этиловом спирте в течение 20-25 ч. При нагревании полученного оксима с бензоилхлоридом в присутствии абсолютного бензола в течение 6-7 ч образовался О-бензоилоксим. Инкапсуляцию О-бензоилоксима разрешали с помощью β-циклодекстрина. В результате был получен аморфный порошок комплекс. Структура и состав синтезированных 3-(2-этоксипиперидин-4-он)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-она, биспидина, оксима и О-бензоилоксима доказаны с помощью ИК-, ¹³С и ¹Н ЯМР-спектроскопии и элементного анализа. *Заключение:* Изучение биологической активности комплекса О-бензоилоксима 3-(2-этоксипиперидин-4-он)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-она с β-циклодекстрином под лабораторным шифром НА-332 прошел в Институте кафедры общей генетики и цитологии. В результате биологического скрининга установлено, что β-циклодекстриновый комплекс О-бензоилоксима 3-(2-этоксипиперидин-4-он)-7-циклопропанметил-3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-она проявляет более высокую анальгетическую активность, чем трамал и оказывает полную аналгезию. Результаты исследований по определению острой токсичности НА-332 показывают, что значение токсичности в два раза ниже чем у трамала.

Ключевые слова: 3,7-дизамещенный 3,7-диазабицикло[3.3.1]нонан-9-он, биспидин, оксим, О-бензоилоксим, β-циклодекстрин, комплекс, анальгетическая активность.

<i>Тогызбаева Нурила Абылқайровна</i>	<i>Старший преподаватель, кандидат химических наук</i>
<i>Сиханова Нургуль Сагиндыковна</i>	<i>Старший преподаватель, PhD</i>
<i>Қалдыбаева Алтынай Бекболқызы</i>	<i>Научный сотрудник, старший преподаватель, PhD</i>
<i>Малмакова Айгул Ербосыновна</i>	<i>Ведущий научный сотрудник, PhD</i>

Әдебиеттер тізімі

1. Hewitt D.J., Hargreaves R.J., Curtis S.P., Michelson D. Challenges in analgesic drug development. *Clinical Pharmacology & Therapeutics*, **2009**, 86, 4, 447-450. <https://doi.org/10.1038/clpt.2009.161>.
2. Colvin L., Forbes K., Fallon M. Difficult pain. *BMJ*, **2006**, 332, 7549, 1081-1083. doi: 10.1136/bmj.332.7549.1081.
3. Gatchel R.J., et al. The biopsychosocial approach to chronic pain: scientific advances and future directions. *Psychol Bull.* **2007**, 133, 4, 581-624. doi: [10.1037/0033-2909.133.4.581](https://doi.org/10.1037/0033-2909.133.4.581).
4. Baktybayeva, L., Daulet G., Zazybin A., Yu V., Ostapchuk Y., Perfil'yeva Y., Kali A., Abdolla N., Malmakova A., Baktybai N., Temirbekova Zh., Rafikova Kh. 2023. "Stimulation of B-Lymphopoiesis by Administration of a Trimecaine-Based Ionic Compound in Cyclophosphamide-Induced Hematopoietic-Depressive, *Molecules*, **2023**, 28, 3, 1378. DOI: 10.3390/molecules28031378.
5. Жуманова Н.А., Ю.В.К., Пралиев К.Д., Берлин К.Д. Новые 3,7-дизабидицикло[3.3.1]нонан-9-олы и их сложные эфиры: синтез и свойства. *Изв. МОН РК, НАН РК, Сер.хим.*, **2002**, 3, 103-110.
6. Malmakova A.E., Yu V.K., Praliyev K.D., Kaldybayeva A.B., Amirkulova M.K., Kadyrova D.M. Synthesis, structure, and biological activity of novel bispidine derivatives. *Int. J. of Appl. Pharm.*, **2021**, 13, 1. DOI: <http://dx.doi.org/10.22159/ijap.2021.v13s1.Y1013>.
7. Malmakova A.E., Yu V.K., Iskakova T.K., Dauletbay P., Praliyev K.D., Baktybaeva L.K. Synthesis and myelostimulatory activity of b-cyclodextrin complexes of 3,7-diazabicyclo[3.3.1]nonan-9-one derivatives. *Pharm. Chem. J.*, **2020**, 54, 6, 582-587. <https://doi.org/10.1007/s11094-020-02243-6>.
8. Pandiarajan K., Manimekalai A., Rajarajan G. ¹H NMR spectral study of some 4-hydroxy-2,6-diphenylpiperidines and a systematic analysis of ¹H chemical shifts in some piperidines and 3,7-diasabicyclo[3.3.1]nonane derivatives. *Ind. J. Chem.*, **2000**, 39 B, 517-524.
9. Tokumura T., Ueda H., Tsutshima Y., Kasai M., Kayano M., Amada I., Nagai T. Physicochemical approach to biopharmaceutical phenomena. 41. Inclusion complexes of cinnarizine with beta-cyclodextrin in aqueous-solution and in the solid-state. *Chem. Pharm. Bull.*, **1984**, 32, 10, 4179-4184.
10. Appleton R.A., Egan Sister C., Evans J.M., Graham S.H., Dixon J.R. Studies on bicyclononanes. III. Chair-Boat equilibria in bicyclo[3.3.1]nonanes. *J. Chem. Soc.*, **1968**, 9, 1110-1115.
11. Antonio Cid-Samamed, Jaruporn Rakmai, Juan Carlos Mejuto, Jesus Simal-Gandara, Gonzalo Astray. Cyclodextrins inclusion complex: Preparation methods, analytical techniques and food industry applications. *Food Chemistry*, **2022**, 384, 132467. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.132467>.
12. Zhang Y., Zhang H., Wang F., Wang L., Wang L. Preparation and Properties of Ginger Essential Oil β-Cyclodextrin/Chitosan Inclusion Complexes. *Coatings*, **2018**, 8, 9, 305. <https://doi.org/10.3390/coatings8090305>.
13. Wadhwa G., Kumar S., Chhabra L., Mahant S., Rao R. Essential oil-cyclodextrin complexes: An updated review. *J. of Inclusion Phen. and Macrocycl. Chem.*, **2017**, 89, 1-2, 39-58, <https://doi.org/10.1007/s10847-017-0744-2>.
14. Saokham P., Loftsson T. γ-Cyclodextrin. *Int. J. of Pharm.*, **2017**, 516, 1-2, 278-292, <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2016.10.062>.

References

1. Hewitt D.J., Hargreaves R.J., Curtis S.P., Michelson D. Challenges in analgesic drug development. *Clinical Pharmacology & Therapeutics*, **2009**, 86, 4, 447-450. <https://doi.org/10.1038/clpt.2009.161>.
2. Colvin L., Forbes K., Fallon M. Difficult pain. *BMJ*. **2006**, 332, 7549, 1081-1083. doi: 10.1136/bmj.332.7549.1081.
3. Gatchel R.J., et al. The biopsychosocial approach to chronic pain: scientific advances and future directions. *Psychol Bull.*, **2007**, 133, 4, 581-624. doi: [10.1037/0033-2909.133.4.581](https://doi.org/10.1037/0033-2909.133.4.581).
4. Baktybayeva, L., Daulet G., Zazybin A., Yu V., Ostapchuk Y., Perfil'yeva Y., Kali A., Abdolla N., Malmakova A., Baktybai N., Temirbekova Zh., Rafikova Kh. 2023. "Stimulation of B-Lymphopoiesis by Administration of a Trimecaine-Based Ionic Compound in Cyclophosphamide-Induced Hematopoietic-Depressive, *Molecules*, **2023**, 28, 3, 1378. DOI: 10.3390/molecules28031378.
5. Zhumanova N.A., Yu.V.K., Praliyev K.D., Berlin K.D. New 3,7-diazabicyclo[3.3.1]nonan-9-ols and their esters: synthesis and properties, *Изв. MES RK, NAS RK, Ser.chem.*, **2002**, 3, 103-110. (in Russ).

6. Malmakova A.E., Yu V.K., Praliyev K.D., Kaldybayeva A.B., Amirkulova M.K., Kadyrova D.M. Synthesis, structure, and biological activity of novel bispidine derivatives. *Int.J. of Appl. Pharm.*, **2021**, 13. 1. <http://dx.doi.org/10.22159/ijap.2021.v13s1.Y1013>.
7. Malmakova A.E., Yu V.K., Iskakova T.K., Dauletbay P., Praliyev K.D., Baktybaeva L.K. Synthesis and myelostimulatory activity of β -cyclodextrin complexes of 3,7-diazabicyclo[3.3.1]nonan-9-one derivatives. *Pharm. Chem. J.*, **2020**, 54, 6, 582-587. <https://doi.org/10.1007/s11094-020-02243-6>.
8. Pandiarajan K., Manimekalai A., Rajarajan G. ^1H NMR spectral study of some 4-hydroxy-2,6-diphenylpiperidines and a systematic analysis of ^1H chemical shifts in some piperidines and 3,7-diasabicyclo[3.3.1]nonane derivatives, *Ind. J. Chem.*, **2000**, 39 B, 517-524.
9. Tokumura T., Ueda H., Tsutshima Y., Kasai M., Kayano M., Amada I., Nagai T. Physicochemical approach to biopharmaceutical phenomena. 41. Inclusion complexes of cinnarizine with beta-cyclodextrin in aqueous-solution and in the solid-state. *Chem. Pharm. Bull.*, **1984**, 32, 10, 4179-4184.
10. Appleton R.A., Egan Sister C., Evans J.M., Graham S.H., Dixon J.R. Studies on bicyclononanes. III. Chair-Boat equilibria in bicyclo[3.3.1]nonanes. *J. Chem.Soc.*, **1968**, 9, 1110-1115.
11. Antonio Cid-Samamed, Jaruporn Rakmai, Juan Carlos Mejuto, Jesus Simal-Gandara, Gonzalo Astray. Cyclodextrins inclusion complex: Preparation methods, analytical techniques and food industry applications. *Food Chemistry*, **2022**, 384, 132467. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.13246>.
12. Zhang Y., Zhang H., Wang F., Wang L., Wang L. Preparation and Properties of Ginger Essential Oil β -Cyclodextrin/Chitosan Inclusion Complexes. *Coatings*, **2018**, 8, 9, 305. <https://doi.org/10.3390/coatings8090305>.
13. Wadhwa G., Kumar S., Chhabra L., Mahant S., Rao R. Essential oil-cyclodextrin complexes: An updated review. *J. of Inclusion Phen. and Macrocycl. Chem.*, **2017**, 89, 1-2, 39-58, <https://doi.org/10.1007/s10847-017-0744-2>.
14. Saokham P., Loftsson T. γ -Cyclodextrin. *Int. J. of Pharm.*, **2017**, 516, 1-2, 278-292, <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2016.10.062>

PRODUCTION AND RESEARCH OF FILTERS FOR WATER PURIFICATION BASED ON CARBON MATERIALS

Zh.M. Abdrakhmanova¹, E.Zh. Ermoldanov¹, A.R. Kerymkulova^{*1}, Zh.S. Kudiyarova¹,
G.R. Nysanbayeva¹, Z.A. Mansurov^{1,2}, S. Azat³

¹Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

²Institute of Combustion Problems, Almaty, Kazakhstan

³Laboratory of Engineering Profile KazNITU named after. K.I. Satpaeva, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: almusha_84@mail.ru

Abstract. *Introduction.* Water is the most common inorganic compound on Earth. Nowadays, it is becoming more and more difficult to find pure natural water suitable for drinking in rural areas. That is, the composition of drinking water changes under the influence of the climate of the place of residence and the external environment. As a result, the supply of drinking water is declining. Natural reservoirs used as a source of water supply do not always meet sanitary and regulatory requirements. The importance of this related work lies in the determination of water quality and the preparation of filter compositions for water purification. *The main goal of the research* work is to determine the organoleptic and chemical properties of water before and after water filtration. *The method* - turbidimetry and spectrophotometry. Drinking water samples from five regions of Kazakhstan were taken as objects of study. In particular, the objects of study were taken from the city of Kentau, the city of Turkestan, the city of Kyzylorda, the Zhambyl region and the Aktobe region. *The conclusion of the study* is that water filters were made on the basis of carbon and sorption materials. With the help of water filters, the transparency and chemical composition of drinking water samples taken from different regions of Kazakhstan were checked at the beginning and after passing through the filters. Based on the test results, it was determined that in the future it is necessary to create effective water filters that are characteristic of the composition of the water in each region.

Key words: water purification, adsorption, carbon, sorbents, anion exchangers, cation exchangers, filters, spectrophotometric analysis, water turbidity, chemical indicators of water

<i>Abdrakhmanova Zhanerke Maratkyzy</i>	<i>Bachelor, e-mail: janiko.maratovna02@gmail.com</i>
<i>Ermoldanov Ersultan Zhaksylykuly</i>	<i>Bachelor student, e-mail: eursultanermoldanov@gmail.com</i>
<i>Kerymkulova Almagul Ryskulovna</i>	<i>Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, e-mail: almusha_84@mail.ru</i>
<i>Azat Seitkhan</i>	<i>PhD, Head of the Laboratory, e-mail: seithan@mail.ru</i>
<i>Kudiyarova Zhanar Syrlybaikhanovna</i>	<i>PhD, Acting Associate Professor, e-mail: zhanar_ks@mail.ru</i>
<i>Nysanbaeva Gulnura Ryskulovna</i>	<i>Master in Nanomaterials and Nanotechnology, PhD Student, e-mail: gulnur.83.29@mail.ru</i>
<i>Mansurov Zulkhair Aimukhametovich</i>	<i>Doctor of Chemical Sciences, Professor, e-mail: zmansurov@kaznu.kz</i>

Citation: Abdrakhmanova Zh.M., Ermoldanov E.Zh., Kerymkulova A.R., Azat S., Kudiyarova Zh.S., Nysanbayeva G.R., Mansurov Z.A. Production and research of filters for water purification based on carbon materials. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 4(84), 18-28. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.36>

КӨМІРТЕКТІ МАТЕРИАЛДАР НЕГІЗІНДЕ СУ ФИЛЬТРЛЕРІН ЖАСАУ ЖӘНЕ СЫНАУ

**Ж.М. Абдрахманова¹, Е. Ж. Ермолданов¹, А.Р. Керимкулова¹, Ж.С. Кудиярова¹,
Г.Р. Нысанбаева¹, З.А. Мансуров^{1,2}, С. Азат³**

¹әл -Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан

²«Жану проблемалар Институты», Алматы, Қазақстан

³«Инженерлік бейінді зертхана», Қ.И. Сәтбаев атындағы ҚазҰТЗУ Алматы, Қазақстан

*E-mail: almusha_84@mail.ru

Түйіндемe. *Кіріспе.* Су жер шарындағы ең көп таралған бейорганикалық қосылыс. Қазіргі таңда шалғай елді-мекендерде ішуге жарамды таза табиғи суды табу қиындап барады. Яғни, тұрғылықты жердің климаты мен сыртқы ортаның әсерінен ауыз сулардың құрамы өзгеріске ұшырауда. Осының салдарынан ішуге жарамды ауыз су қоры азайып жатыр. Сумен қамтамасыз ету көзі ретінде пайдаланылатын табиғи су қоймалары әрқашан санитарлық және нормативтік талаптарға сай бола бермейді. Осыған байланысты жұмыстың маңыздылығы судың сапасын анықтау және суды тазарту үшін фильтр композицияларын дайындау. *Зерттеу жұмысының негізгі мақсаты* – су фильтріне дейінгі және кейінгі судың органолептикалық және химиялық қасиеттерін анықтау. *Зерттеу әдісі* турбидиметрия және спектрофотометрия әдістері. *Зерттеу нысандары ретінде* Қазақстанның бес аймағынан ауыз су үлгілері алынды. Атап айтсақ, Кентау қаласы, Түркістан қаласы, Қызылорда қаласы, Жамбыл облысы және Ақтөбе облысынан зерттеу нысандары алынды. *Зерттеу қорытындысы* – көміртекті және ион алмастырғыш материалдар негізінде су фильтрлері жасалды. Су фильтрлерінің көмегімен Қазақстанның әр өңірінен алынған ауыз су үлгілерінің бастапқы және фильтрлерден өткеннен кейінгі мөлдірлігі мен химиялық құрамы сыналды. Сынау нәтижелеріне қарап, болашақта әр аймақтың су құрамдарына байланысты өзіне тән тиімді су фильтрлерін жасау қажет екендігі анықталды.

Түйінді сөздер: су тазалау, адсорбция, көміртек, сорбенттер, аниониттер, катиониттер, фильтрлер, спектрофотометриялық анықтау әдісі, судың мөлдірлігі, химиялық көрсеткіштері.

<i>Абдрахманова Жанерке Маратқызы</i>	<i>Бакалавр</i>
<i>Ермолданов Ерсұлтан Жақсылықұлы</i>	<i>Студент</i>
<i>Керимкулова Алмаул Рыскуловна</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор</i>
<i>Азат Сейтхан</i>	<i>PhD, Зертхана меңгерушісі</i>
<i>Кудиярова Жанар Сырлыбайхановна</i>	<i>PhD, доцент міндетін атқарушы</i>
<i>Нысанбаева Гүлнұра Рыскуловна</i>	<i>Магистр, PhD докторанты</i>
<i>Мансурова Зулхаир Аймухаметович</i>	<i>Химия ғылымының докторы, профессор</i>

1. Кіріспе

Су табиғатқа жалпы тіршілік көзіне маңызы өте зор. Су жер шарындағы ең көп таралған бейорганикалық қосылыс. Судың ең ерекше қасиеті оның сутегі мен оттегі атомдарының қосылыстарынан тұруында. Химиялық заңдарға сүйенсек, мұндай қосылыс газ тәрізді болуы керек. Ал су – сұйық күйде болады.

Қазіргі таңда шалғай елді-мекендерде ішуге жарамды таза табиғи суды табу қиындап барады. Яғни, тұрғылықты жердің климаты мен сыртқы ортаның әсерінен ауыз сулардың құрамы өзгеріске ұшырауда. Осының салдарынан ішуге жарамды ауыз су қоры азайып жатыр [1]. Сумен қамтамасыз ету көзі ретінде пайдаланылатын табиғи су қоймалары әрқашан санитарлық және нормативтік талаптарға сай бола бермейді [2].

Заманауи қолданбалы технологиялық жүйелерінің негізгі проблемасы – ең тұйық циклі және қалдықтардың ең аз мөлшері бар экологиялық қауіпсіз технологияларды әзірлеу. Қазіргі уақытта осы зерттеу саласындағы жағдай ресурстарды үнемдейтін және экологиялық мәселелерді кешенді шешу үшін ластанған ерітінділер мен технологиялық сұйықтықтарды тазартудың сорбциялық технологиялары мен селективті процестерін жетілдіру қажеттілігін тудырды [3-7].

Ауыз суларды тазартуда табиғи минералдарды қолдану экологиялық және экономикалық тұрғыдан қолайлы. Модификация нәтижесінде бастапқы минералдан ерекшеленетін және бастапқы материалдың пайдалы қасиеттері мен синтетикалық сорбенттерді біріктіретін беттік табиғаты бар сорбенттер алынады. Ауыз суларды тазартуда сорбциялық әдістер мен кешендерді кеңінен қолдануға қарамастан, бұл салада бірқатар проблемалар бар. Ең маңыздыларына мыналар жатады: материалдардың сорбциялық қабілетінің жеткіліксіздігі, сорбенттерді қалпына келтірудің сенімді әдістерінің жоқтығы, сорбенттерді қолдану арқылы ресурс үнемдейтін экологиялық таза тазалау технологиялары және күрделі түзілу арқылы қалдықтардан ауыр металдарды пайдалану әдістері [8-10]. Осындай әр түрлі себептерге байланысты, жұмыстың маңыздылығы судың сапасын анықтай отырып суды тазарту үшін фильтр композицияларын дайындау.

Зерттеу жұмысының негізгі мақсаты – көміртекті материалдар негізінде суды тазартуға арналған фильтрлердің құрамдарын жасау және сорбциялық қасиеттерін зерттеу. Фильтрге дейінгі және фильтрден кейінгі судың органолептикалық және химиялық құрамын сынау.

Зерттелініп отырған нысандардың химиялық құрамын спектрофотометрия әдісі, ал лайлылығы турбидиметрия әдісі арқылы анықталды. Спектрофотометриялық талдау әдісі «Спектрофтометр DR3900» маркалы қондырғысымен зерттелінсе, ал турбидиметриялық талдау әдісі «Турбидиметр TU5200» қондырғылары арқылы толық зерттелді.

Сулардың лайлылығын зерттеу барысында Түркістан және Ақтөбе қаласының су үлгілерінің бастапқы мәні шектік рұқсат етілген концентрациядан (ШПК) асып кетті. Сонымен қатар, ауыз сулардың химиялық құрамын спектрофотометриялық талдау нәтижесі бойынша, Кентау қаласының су құрамында сульфид (S^{2-}) ионының және Ақтөбе қаласының су үлгісінде темір (Fe^{+3}) ионының шектік рұқсат етілген концентрациядан (ШПК) асқандығы байқалды. Ал Қызылорда қаласының су құрамында сульфат (SO_4^{2-}) ионының көп мөлшерде екендігі анықталса, Жамбыл облысының су құрамында басқа су үлгілеріне қарағанда нитрат (NO_3^-) және нитрит (NO_2^-) иондарының көп мөлшерде екендігі зерттелді.

Зерттеу қорытындысы ретінде көміртекті және сорбциялық материалдар негізінде су фильтрлері жасалды. Су фильтрлерінің көмегімен Қазақстанның әр өңірінен алынған ауыз су үлгілерінің бастапқы және фильтрлерден өткеннен кейінгі лайлылығы мен химиялық құрамы сыналды. Сынау нәтижелеріне қарап, болашақта әр аймақтың су құрамдарына

байланысты өзіне тән тиімді су фильтрлерін жасау қажет екендігі анықталды.

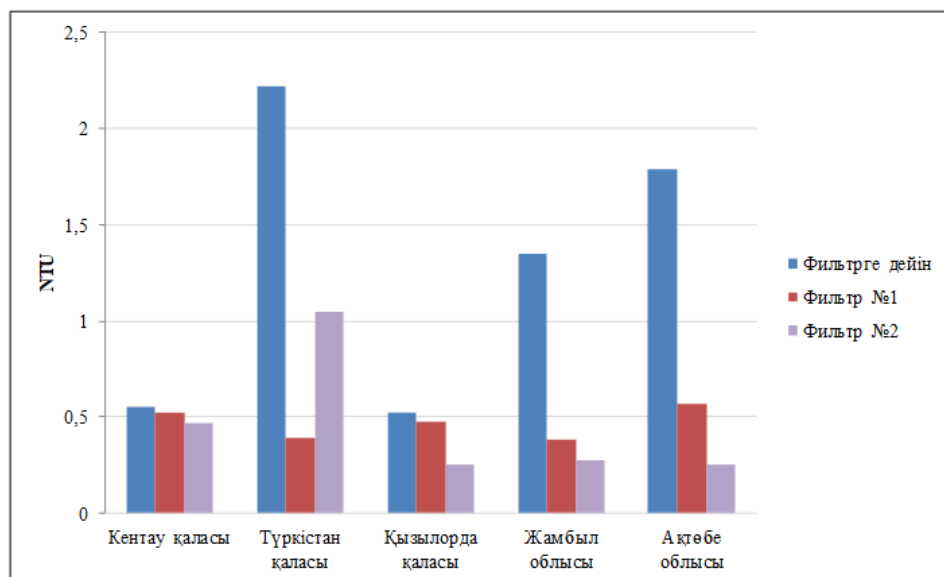
2. Нәтижелер мен талқылаулар

Зерттеу жұмысының негізгі мақсаты – су фильтріне дейінгі және кейінгі турбидиметрия және спектрофотометрия әдістері арқылы судың органолептикалық және химиялық қасиеттерін зерттеп талдау нәтижелерін сынау.

Зерттеу барысында көміртекті сорбциялық материалдар синтезделіп алынды. Шикізат негізінде жылда жаңартылып отыратын грек жаңғағының қабықтары қолданылды. Көміртекті материалдарды синтездеп алу карбонизация әдісі арқылы 800⁰С температурада, инертті ортада жүргізілді. Сонымен қатар, салыстыру мақсатында ион алмастырғыш шайырлар алынды.

Алынған сорбциялаушы заттарды қолдана отырып, екі түрлі колонка түріндегі фильтрлер дайындалды. Біріншісі тек активтелген көміртекті материал көмегімен, екіншісі активтелген көмір және ион алмастырғыш шайырлардың қоспасынан. Дайындап алынған коллонкалы фильтрлердің сорбциялық қасиеттерін зерттеу мақсатында Қазақстанның түрлі өңірлерінен ауыз су үлгілері алынды. Яғни, Кентау қаласы, Түркістан қаласы, Қызылорда қаласы, Жамбыл облысы және Ақтөбе облысынан ауыз сулар зерттеуге алынды. Қазақстанның әр аймақтарынан алынған ауыз су үлгілері қолдан жасалған колонкалы фильтрлер арқылы өткізілді. Екі түрлі қоспадағы фильтрлерден өткізілген суларға турбидиметрия және спектрофотометрия әдістерін пайдалана отырып зерттеулер жүргізілді.

Зерттеу нәтижесінде, Түркістан қаласының су лайлылығы 2.2 NTU және Ақтөбе қаласының су үлгілерінің бастапқы лайлылығы 1.79 NTU мәнді көрсетті. Яғни шектік рұқсат етілген концентрациядан (1.5 NTU) жоғары нәтиже көрсетті. Әрі қарай фильтрлерді пайдалана отырып, Түркістан қаласының суының лайлылығы 0.389 NTU-ға азайды, ал Ақтөбе қаласының суының лайлылығы 0.256 NTU-ға азайды. Алынған нәтижелер 1-суретте диаграмма түрінде келтірілген.



Сурет 1 - Қазақстанның әр аймағынан алынған ауыз су үлгілерінің лайлылығын сынау нәтижелері

Кесте 1 - Кентау қаласынан алынған су үлгісінің бастапқы және фильтрден өткеннен кейінгі химиялық құрамын сынау нәтижелері

Атауы	НҚ	ШРК	Сүзгіге дейін мг/л	Сүзгіден кейін мг/л	
				Сүзгі №1	Сүзгі №2
Темір (Fe^{+3})	МВИ №14-09	0.3	0.03	0.01	0.11
Нитрат (NO_3^-)	МВИ №16-09	45	0.06	0.03	0.06
Нитрит (NO_2^-)	МВИ	3.0	0.014	0.011	0.007
Сульфат (SO_4^{2-})	МВИ №6-10	500	4	4	4
Сульфид (S^{2-})	МВИ 01.00225/205-73-11	3	3.2	1	0
Жалпы хлор (Cl_2^-)	МВИ №64-10	350	0.02	0.03	0.06

Келесі зерттеу нәтижелері ауыз су үлгілерінің химиялық құрамын спектрофотометриялық талдау әдісі бойынша жасалынды. Кентау қаласының су үлгісінің химиялық құрамын зерттеу барысында сульфид (S_2) иондарының мәні ғана шекті мәннен жоғары мән көрсетті. Яғни сульфид иондарының бастапқы мөлшері 3.2 мг/л болса, бірінші фильтрден өткеннен кейін 1 мг/л, екінші фильтрден өткеннен кейін 0 мәнін көрсетті (кесте 1).

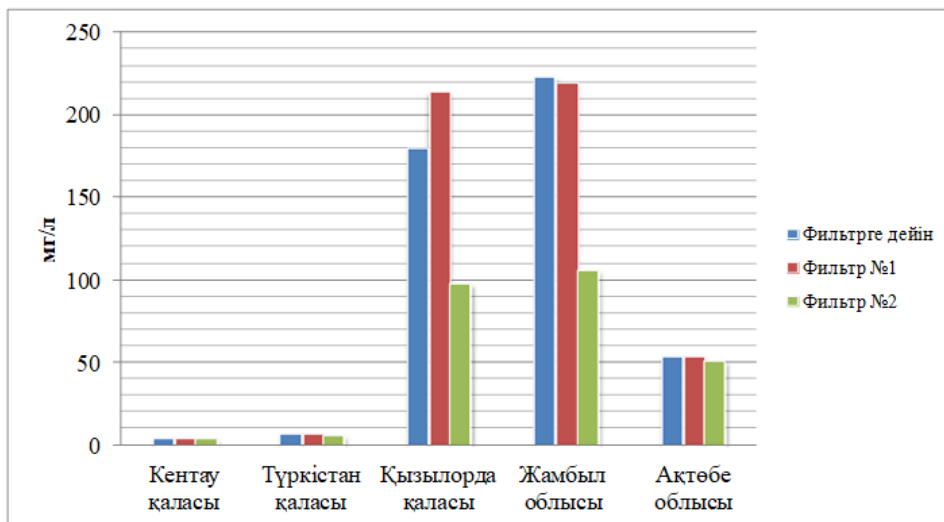
Судағы сульфид иондарының жоғары мөлшері айтарлықтай коррозияға және коммуникациялар мен тұрмыстық техниканың бұзылуына әкелуі мүмкін.

Ақтөбе облысының су құрамын зерттеу нәтижелері 2-кестеде келтірілген. Кестеден темір (Fe^{+3}) ионының бастапқы концентрациясы 0.11 мг/л, яғни шектік рұқсат етілген концентрациядан (0.3 мг/л) 3 есе асқандығы байқалады. Фильтрлердің көмегімен су құрамындағы темір иондарын толық жоюға болатындығы анықталды.

Кесте 2 - Ақтөбе облысынан алынған су үлгісінің бастапқы және фильтрден өткеннен кейінгі химиялық құрамын сынау нәтижелері

Атауы	НҚ	ШРК	Сүзгіге дейін мг/л	Сүзгіден кейін мг/л	
				Сүзгі №1	Сүзгі №2
Темір (Fe^{+3})	МВИ №14-09	0.3	0,11	0.05	0
Нитрат (NO_3^-)	МВИ №16-09	45	0,8	0.4	0.4
Нитрит (NO_2^-)	МВИ	3.0	0,004	0,013	0.018
Сульфат (SO_4^{2-})	МВИ №6-10	500	54	54	51
Сульфид (S^{2-})	МВИ 01.00225/205-73-11	3	1	0	1
Жалпы Хлор (Cl_2^-)	МВИ №64-10	350	0.04	0.02	0.01

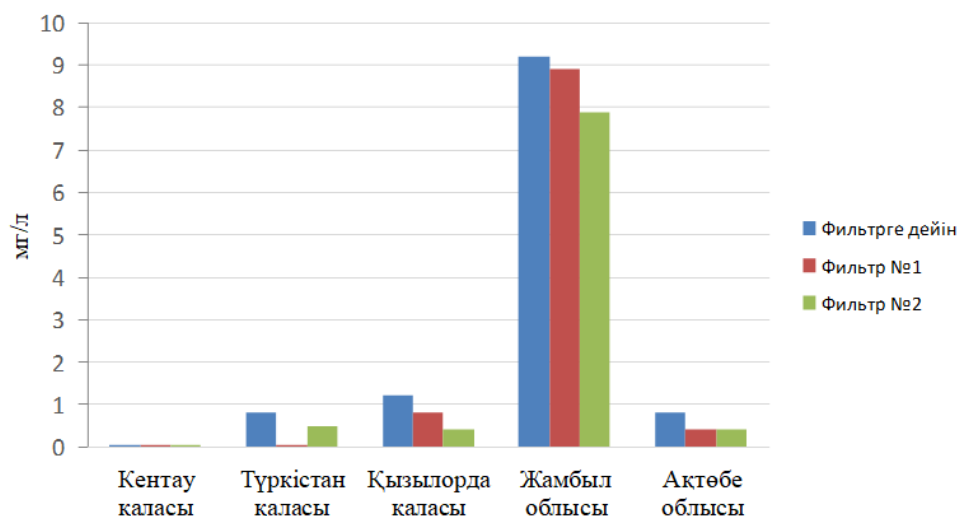
Қазақстанның әр аймағынан алынған су үлгілерінің құрамындағы сульфат (SO_4^{2-}) ионының сынау нәтижелері 2-суретте диаграмма түрінде көрсетілген. Сульфат ионының ауыз су құрамында шектік рұқсат етілген концентрациясы 500 мг/л болғанымен 100-150 мг/л шегінен аспауы керек. Байқағанымыздай Қызылорда қаласының су құрамында бастапқы көрсеткіш 180 мг/л болса, ал Жамбыл облысының су құрамында 223 мг/л көрсеткіш көрсетті. Дегенмен фильтрлерді пайдалана отырып сульфат ионының мәндері 2 есе төмендегені анықталды.



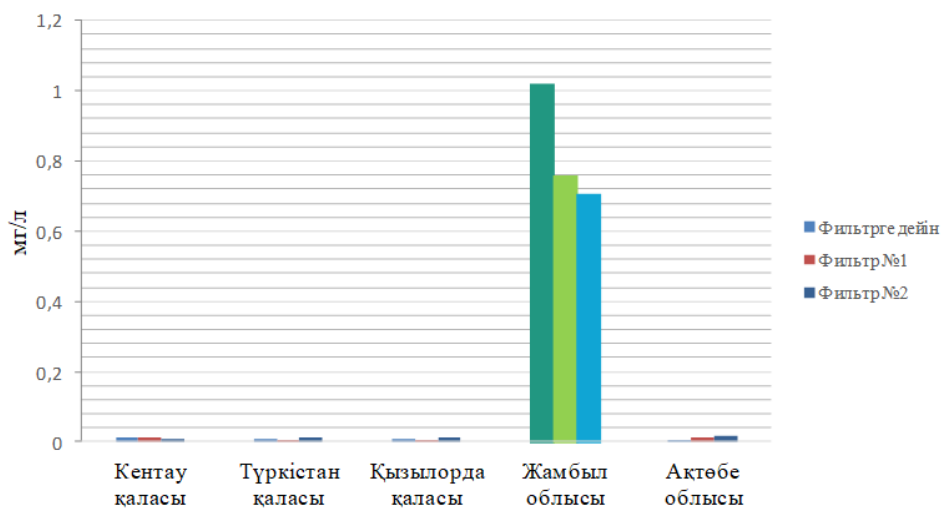
Сурет 2 - Қазақстанның әр аймағынан алынған су үлгілерінің құрамындағы сульфат (SO_4^{2-}) ионының сынау нәтижелері

Ауыз сулардың химиялық құрамын зерттеу нәтижелерінде Жамбыл облысының су құрамында нитрат (NO_3^-) және нитрит (NO_2^-) иондарының мәндері зерттеуге алынған басқа ауыз су нәтижелерімен салыстырғанда көп мөлшерде болатындығы анықталды. Нитрат қосылыстары бар суды ішу арқылы адамдар өз денсаулығына қауіп төндіреді: метгемоглобин мөлшері артады, бұл оттегі ашығуына әкеледі; гемоглобин деңгейі төмендейді, бұл жүрек-тамыр жүйесі ауруларының дамуына әкеледі; жиі бас ауруы, жүрек айнуы, мигрень; ас қорыту жолдарының жұмысы бұзылады; метаболикалық процестердегі өзгерістер байқалуы мүмкін.

Алынған көрсеткіштер төменде 3 және 4-ші суретте көрсетілген.



Сурет 3 - Қазақстанның әр аймағынан алынған су үлгісінің бастапқы және фильтрден өткеннен кейінгі нитрат (NO_3) ионының сынау нәтижелері



Сурет 4 - Қазақстанның әр аймағынан алынған су үлгісінің бастапқы және фильтрден өткеннен кейінгі нитрит (NO_2) ионының сынау нәтижелері

3. Қорытынды

Зерттеу нәтижесінде, Түркістан қаласының су лайлылығы 2.2 NTU және Ақтөбе қаласының су үлгілерінің бастапқы лайлылығы 1.79 NTU мәнді көрсетті. Яғни шектік рұқсат етілген концентрациядан (1.5 NTU) жоғары нәтиже көрсетті. Әрі қарай фильтрлерді пайдалана отырып, Түркістан қаласының суының лайлылығы 0.389 NTU-ға азайды, ал Ақтөбе қаласының суының лайлылығы 0.256 NTU-ға азайды. Сонымен қатар, ауыз сулардың химиялық құрамын спектрофотометриялық талдау нәтижесі бойынша, Кентау қаласының су құрамында сульфид (S^{2-}) ионының бастапқы концентрациясы 3.2 мг/л болса, фильтрден өткеннен кейін 0 мг/л мәнін көрсетті. Ал Ақтөбе облысының су құрамын зерттеу нәтижелерінде темір (Fe^{+3}) ионының бастапқы концентрациясы 0,11 мг/л, яғни шектік рұқсат етілген концентрациядан (0.3 мг/л) 3 есе асқандығы байқалады. Фильтрлердің көмегімен 0 мг/л мәнін көрсетіп, су құрамындағы иондардан толық жоюға болатындығы анықталды.

Ал Қызылорда қаласының су құрамында сульфат (SO_4^{2-}) ионының көп мөлшерде екендігі анықталса, Жамбыл облысының су құрамында басқа су үлгілеріне қарағанда нитрат (NO_3^-) және нитрит (NO_2^-) иондарының көп мөлшері жоғары екендігі анықталды.

Зерттеу қорытындысы ретінде көміртекті және сорбциялық материалдар негізінде су фильтрлері жасалды. Су фильтрлерінің көмегімен Қазақстанның әр өңірінен алынған ауыз су үлгілерінің бастапқы және фильтрлерден өткеннен кейінгі мөлдірлігі мен химиялық құрамы сыналды. Сынау нәтижелеріне қарап, болашақта әр аймақтың су құрамдарына байланысты өзіне тән тиімді су фильтрлерін жасау қажет екендігі анықталды.

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЛЬТРОВ ДЛЯ ОЧИСТКИ ВОДЫ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Ж.М. Абдрахманова¹, Е. Ж. Ермолданов¹, А.Р. Керимкулова¹, Ж.С. Кудиярова¹, Г.Р. Нысанбаева¹, З.А. Мансуров^{1,2}, С. Азат³

¹Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан

²«Институт проблем горения», Алматы, Казахстан

³«Лаборатория инженерного профиля» Алматы, Казахстан

*E-mail: almusha_84@mail.ru

Резюме. *Введение.* Вода – самое распространенное неорганическое соединение на Земле. В настоящее время становится все труднее найти чистую природную воду, пригодную для питья в сельской местности. То есть состав питьевой воды меняется под влиянием климата места проживания и внешней среды. В связи с этим сокращаются запасы питьевой воды. Природные водоемы, используемые в качестве источника водоснабжения, не всегда соответствуют санитарным и нормативным требованиям. Важность данной работы заключается в определении качества воды и изготовлении фильтрующих составов для очистки воды. *Основной целью* работы является исследование органолептических и химических свойств воды до и после фильтрации. *Методы исследования* – турбидиметрия и спектрофотометрия. В качестве *объектов исследования* были взяты пробы питьевой воды из пяти регионов Казахстана. В частности, объекты

исследования были взяты из г. Кентау, г. Туркестан, г. Кызылорда, Жамбылской области и Актыубинской области. *Вывод* исследования состоит в том, что для очистки воды были изготовлены фильтры из углеродных сорбентов и ионообменных смол. С помощью фильтров были исследованы прозрачность и химический состав проб питьевой воды, отобранных из разных регионов Казахстана. По результатам исследования определено, что в дальнейшем необходимо создавать эффективные фильтры для воды, характерные для состава воды каждого региона.

Ключевые слова: очистка воды, адсорбция, углерод, сорбенты, аниониты, катиониты, фильтры, спектрофотометрический анализ, мутность воды, химические показатели воды

<i>Абрахманова Жанерке Маратқызы</i>	<i>Бакалавр</i>
<i>Ермолданов Ерсұлтан Жаксылықұлы</i>	<i>Студент</i>
<i>Керімқұлова Алмағұл Рыскуловна</i>	<i>Кандидат химических наук, ассоциированный профессор</i>
<i>Азат Сейтхан</i>	<i>PhD, заведующий лабораторией</i>
<i>Кудиярова Жанар Сырлыбайхановна</i>	<i>PhD, и.о. доцента</i>
<i>Нысанбаева Гүлнұра Рыскуловна</i>	<i>Магистр, докторант</i>
<i>Мансурова Зұлхаир Аймухаметович</i>	<i>Доктор химических наук, профессор</i>

Әдебиеттер тізімі:

1. В Казахстане растет дефицит пресной воды // [Электрондық ресурс] // 02.06.22. // <https://inbusiness.kz/ru/news/v-kazakhstan-rastet-deficit-presnoj-vody>
2. Чистота водоемов: загрязнение, самоочищение, охрана // [Электрондық ресурс] // 30.03.2022 // <https://ecportal.su/public/geo/view/1779.html>
3. E. Menya, P.W. Olupot, H. Storz, M. Lubwama, Y. Kiros, Production and performance of activated carbon from rice husks for removal of natural organic matter from water: A review, Chem. Eng. Res. Des. 129 (2018) 271–296. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2017.11.008>
4. S. Azat, A. V. Korobeinyk, K. Moustakas, V.J. Inglezakis, Sustainable production of pure silica from rice husk waste in Kazakhstan, J. Clean. Prod. 217 (2019) 352–359. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.01.142>
5. A.R. Satayeva, C.A. Howell, A. V Korobeinyk, J. Jandosov, V.J. Inglezakis, Z.A. Mansurov, S. V Mikhailovsky, Investigation of rice husk derived activated carbon for removal of nitrate contamination from water, Sci. Total Environ. 630 (2018) 1237–1245. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.02.329>
6. M.P. Da Rosa, A.V. Igansi, S.F. Lütke, T.R. Sant'anna Cadaval, A.C.R. Do Santos, A.P. De Oliveira Lopes Inacio, L.A. De Almeida Pinto, P.H. Beck, A new approach to convert rice husk waste in a quick and efficient adsorbent to remove cationic dye from water, J. Environ. Chem. Eng. 7 (2019) 103504. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.103504>
7. R. Hasan, C.C. Chong, S.N. Bukhari, R. Jusoh, H.D. Setiabudi, Effective removal of Pb(II) by low-cost fibrous silica KCC-1 synthesized from silica-rich rice husk ash, J. Ind. Eng. Chem. 75 (2019) 262–270. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2019.03.034>
8. M.Y. Nassar, I.S. Ahmed, M.A. Raya, A facile and tunable approach for synthesis of pure silica nanostructures from rice husk for the removal of ciprofloxacin drug from polluted aqueous solutions, J. Mol. Liq. 282 (2019) 251–263. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.03.017>
9. Y. Shen, N. Zhang, Facile synthesis of porous carbons from silica-rich rice husk char for volatile organic compounds (VOCs) sorption, Bioresour. Technol. 282 (2019) 294–300. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.03.025>
10. L. Shrestha, M. Thapa, R. Shrestha, S. Maji, R. Pradhananga, K. Ariga, Rice Husk-Derived High Surface Area Nanoporous Carbon Materials with Excellent Iodine and Methylene Blue Adsorption Properties, C. 5 (2019) 10. <https://doi.org/10.3390/c5010010>

References

1. The shortage of fresh water is growing in Kazakhstan // [Electrondyk resource] // 02.06.22. // <https://inbusiness.kz/ru/news/v-kazakhstan-rastet-deficit-presnoj-vody>
2. Cleanliness of water bodies: pollution, self-purification, protection // [Elektrondyk resource] // 30.03.2022 // <https://ecportal.su/public/geo/view/1779.html>

3. E. Menya, P.W. Olupot, H. Storz, M. Lubwama, Y. Kiros, Production and performance of activated carbon from rice husks for removal of natural organic matter from water: A review, *Chem. Eng. Res. Des.* 129 (2018) 271–296. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2017.11.008>
4. S. Azat, A. V. Korobeinyk, K. Moustakas, V.J. Inglezakis, Sustainable production of pure silica from rice husk waste in Kazakhstan, *J. Clean. Prod.* 217 (2019) 352–359. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.01.142>
5. A.R. Satayeva, C.A. Howell, A. V Korobeinyk, J. Jandosov, V.J. Inglezakis, Z.A. Mansurov, S. V Mikhailovsky, Investigation of rice husk derived activated carbon for removal of nitrate contamination from water, *Sci. Total Environ.* 630 (2018) 1237–1245. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.02.329>
6. M.P. Da Rosa, A.V. Igansi, S.F. Lütke, T.R. Sant’anna Cadaval, A.C.R. Do Santos, A.P. De Oliveira Lopes Inacio, L.A. De Almeida Pinto, P.H. Beck, A new approach to convert rice husk waste in a quick and efficient adsorbent to remove cationic dye from water, *J. Environ. Chem. Eng.* 7 (2019) 103504. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.103504>
7. R. Hasan, C.C. Chong, S.N. Bukhari, R. Jusoh, H.D. Setiabudi, Effective removal of Pb(II) by low-cost fibrous silica KCC-1 synthesized from silica-rich rice husk ash, *J. Ind. Eng. Chem.* 75 (2019) 262–270. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2019.03.034>
8. M.Y. Nassar, I.S. Ahmed, M.A. Raya, A facile and tunable approach for synthesis of pure silica nanostructures from rice husk for the removal of ciprofloxacin drug from polluted aqueous solutions, *J. Mol. Liq.* 282 (2019) 251–263. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.03.017>
9. Y. Shen, N. Zhang, Facile synthesis of porous carbons from silica-rich rice husk char for volatile organic compounds (VOCs) sorption, *Bioresour. Technol.* 282 (2019) 294–300. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.03.025>
10. L. Shrestha, M. Thapa, R. Shrestha, S. Maji, R. Pradhananga, K. Ariga, Rice Husk-Derived High Surface Area Nanoporous Carbon Materials with Excellent Iodine and Methylene Blue Adsorption Properties, *C.* 5 (2019) 10. <https://doi.org/10.3390/c5010010>

SYNTHESIS OF METAL NANOPARTICLES USING PLANTS TO ENHANCE THE GROWTH AND GERMINATION OF AGRICULTURAL CROPS

T.O. Khamitova^{1*}, G.M. Zhumanazarova², S.Tyanakh³, A.K.Kovaleva^{3*}, D.Havlicek⁴

¹NCJSC «S.Seifullin Kazakh Agro Technical Research University», Astana, Kazakhstan

²Karaganda Industrial University, Temirtau, Kazakhstan;

³E.A. Buketov Karagandy University N-PLC, Karaganda, Kazakhstan;

⁴Charles University, Czech Republic

*E-mail: khamitova.t@inbox.ru, cherry-girl1899@mail.ru

Abstract: *Introduction.* Nanoparticles of several metals obtained through biosynthesis have interesting pharmacological properties due to extract components' sorption on their surface, which broadens their application possibilities. For these reasons, the issue of metal nanoparticles synthesis biological ways optimization is highly important nowadays. *Purpose* of the work is to present experimental data on the synthesis of metal nanodispersions using plant extracts of *Artemisia (wormwood)*, *Psylliostachys (plantain)*, *Achillea nobilis (yarrow)* and use in growing crops. *Methodology.* A feature of this method is the use of a more environmentally friendly approach to the synthesis of nanoparticles by preparing extracts from plant materials. Plant raw materials for synthesis, synthesis conditions (temperature, pH value, ratio of metal salts: extract) were experimentally selected. It was found that in presence of extract from bitter wormwood nanoparticles formation occurs faster than in case of using *Psylliostachys* or *Achillea nobilis*. Synthesized silver nanoparticles were studied using microscopy and spectroscopy. *Results.* Obtained particle sizes are between 70 and 100 µm, which proves nanostructured nickel and cobalt particles formed in synthesis. Average particle size is 80 µm. New growth stimulator M-Nitro-Ni,Co was used to increase annual grasses and vegetables growth and germination; as a result, they had stronger roots, thicker stems, dark-green leaves and larger size comparing to the test ones.

Keywords: nanoparticles, extract, metal nanodispersion, green synthesis, *Artemisia (wormwood)*, *Psylliostachys (plantain)*, *Achillea nobilis (yarrow)*

<i>Khamitova Tolkyn Ondirisovna</i>	PhD, Senior Lecturer, e-mail: khamitova.t@inbox.ru
<i>Zhumanazarova Gaziza</i>	Senior Lecturer, e-mail: gaziza.zhumanazarova@mail.ru
<i>Tyanakh Sairagul</i>	Master, doctoral student. e-mail: saika_8989@mail.ru
<i>Kovaleva Anna Konstantinovna</i>	PhD, Senior Researcher, e-mail: cherry-girl1899@mail.ru
<i>David Havlicek</i>	Associate Professor, RNDr, CSc. e-mail: David.havlicek@natur.cuni.cz

Citation: Khamitova T.O., Zhumanazarova G.M., Tyanakh S., Kovaleva A.K., Havlicek D. Synthesis of metal nanoparticles using plants to enhance the growth and germination of agricultural crops. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 4(84), 29-39. DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.37>

1. Introduction

Nowadays there are several approaches to metal nanoparticles synthesis: chemical, physical and biological ones. The latter is of high interest, especially biological ways of metal nanoparticles synthesis using plant extracts, which are often viewed as quick, eco-friendly and easily scalable technology. Metal nanoparticles formation occurs due to deoxidation by plant-based metabolites (components of phenol origin, terpenes etc.) which go over to the extract. This is why nowadays there is an important issue of improving biological synthesis methods, expanding range of used raw plants as well as of studying obtained nanodispersions' properties [1-3].

Existing synthesis methods rarely solve the issue of optimizing conditions of extraction from raw plants, particularly, acceleration of extraction process without efficiency loss or use of eco-compatible solvents. Another issue that needs a solution is conditions of metal nanodispersion synthesis: selection of raw plants, synthesis temperature and pH value. One more important point is further use of obtained nanodispersions, as plant-based metabolites presence in product makes it more compatible with living organisms. This leaves room for considering adding some metal nanodispersions to medical substances or their use as active components. The abovementioned issues require complex approach to their solution and comprehensive study of both each stage of metal nanodispersion synthesis and evaluation through a number of parameters (morphological properties, microbiological activity) of final synthesis product [4-7].

2. Experimental part

Soil pH definition. Soil water extract samples in enumerated cylindrical vessels are sent to ion meter. pH index study is done in a parallel way. The procedure on I-160 brain ion meter looks the following way: the device is powered and heated for 15 minutes. Pair of electrodes is dried with filter paper and washed with tested part of a studied solution. After the electrodes were submerged into solution and the readings were stabilized, measurement is taken.

The research involved plants collected in summers of 2020-2022 in Bayan-aul uplands and areas around Astana, Kazakhstan – *Artemisia (wormwood)*, *Psylliostachys (plantain)*, *Achillea nobilis (yarrow)*. Dried plants were ground into fine powder and stored in special exiccators till extraction.

Obtaining extract. Extraction was done with 70% ethanol for 12 hours. The solution was steamed in rotary evaporator at +50°C and concentrated on water bath with ratio up to 15%. Obtaining ethanol-based extract from bitter wormwood leaves (as well as yarrow flowers, plantain stems and leaves). 0.2 g of bitter wormwood sample, ground, was put into conical flask with thin section, 100 ml of ethanol solvent were added and left to infuse in a windless place at 50±10°C for 24 hours. Then obtained extract was filtered into 100 ml measuring flask.

Definition of active groups in plant-based extracts. Various plant metabolites consisting of terpenoids, polyphenols, alkaloids, phenolic acids and proteins can

deoxidize metal ions to nanoparticles. This is why mentioned groups should be defined.

Qualitative reaction to flavonoids. A few drops of (NaOH) were added to the extract, followed by 2-3 drops of HCl. Presence of flavonoids was defined by alkaline solution discoloration after adding HCl.

Qualitative reaction to saponins. Presence of saponins was defined by massive formation of strong foam after shaking the extract water solution.

Qualitative reaction to phenols. Presence of phenols was defined by extract obtaining purple (black) color after adding 1% FeCl₃.

Research was performed using commonly-accepted scientific and experimental methods. The study used modern facilities of S.Seifullin KATRU, "Physical-chemical research methods" engineering laboratory: atomic microscope JEOL JEM-2100, detection electronic microscope MIRA 3 TESCAN» Oxford Instruments, detector PIXcel PanAnalytical X'Pert.

In order to study the use of deoxidized nanoparticles as new growth stimulators for agricultural crops, plants giving quick and quality harvest – radish, parsley, tomato, and dill – were selected.

3. Results and discussion

Area of South Black-earth type steppes is 13.4 million hectares. It is seldom found in West Kazakhstan, Aktobe, Karaganda regions but is common in Akmola, Pavlodar and Kostanay regions.

Physical-chemical properties of southern black-earth soil are given in Table 1.

Table 1 – Physico-chemical characteristics of soil

№	Soil name, location	The layer from which the sample was taken, cm	Humus	Total nitrogen	Exchangeably adsorbed cations, m – eq./ 100 g				pH	Granulometric composition	
					Ca	Mg	Na	Total		<0,01 mm	<0,001 mm
1	Black soil in the south (Pavlodar region)	0 – 10	5.8	0.310	20.9	3.5	0.2	24.6	6	42.2	21.6
2		20 – 30	2.3	0.170	17.4	3.5	0.2	21.1	6.5	42.3	28.8
3		35 – 45	1.6	0.130	15.6	3.5	0.3	19.4	7	37.4	26.2
4		70 – 80	-	-	-	-	-	-	8.4	29.5	23.6

Southern black-earth soil composition and properties are similar to standard black-earth soil. Its genetic layers are: A – B₁ – B₂ – C. One of the main features of southern black-earth soils and regular ones is that they are well developed and well seen in humic tongues layer B₂. Humic layer A average thickness is 24 cm, in plowing areas – 21-30 cm. It has dark-grey color with burgundy-red tint. Thickness of the layer B₁ – 16-29 cm. Color varies from dark burgundy-red to grey-burgundy-red. Thickness of the layer B₂ – 19-33 cm, coloring is uneven,

humic tongues are easily seen. Intermediate layers BC are compressed, carbonates are abundant.

Maximum hygroscopical content of water in humic layer of this soil is 11.5-11.7, plant drooping humidity is 14.1-16.8, natural humidity ratio is 30,2-38,9. Southern black-earth soils can be sandy, sandy loam and clay according to their granulometric content.

Phytochemical screening of extracts from plants growing in Bayan-Aul area, Northern Kazakhstan. Results of plant extracts phytochemical analysis are given Table 2. The analysis suggests that phenols and flavonoids are found in bitter wormwood (*Artemisia*), plantain (*Psylliostachys*) and yarrow (*Achilléa nobilis*), and the most saponins were found in yarrow.

Table 2 – Phytochemical screening

№	Active groups	<i>Artemisia</i>	<i>Psylliostachys</i>	<i>Achilléa nobilis</i>
1	Flavonoid	+	+	+
2	Phenol	+	+	+
3	Saponin	+	-	-

Nanoparticles synthesis. During synthesis of nickel nanoparticles using plant extracts, color change in solution and nanoparticles themselves can be seen. However, color change may be caused by various factors, such as metal concentration, reaction conditions and used plant-based material.

Extract: nickel nitrate solution ratio optimization process. Metal solution to extract ratio optimization in metal nanoparticles synthesis is an important step that can affect quality and characteristics of obtained nanoparticles. Depending on specific experiment conditions, optimal metal-to-extract ratio can be different. Volume ratio of extract to Ni(NO₃)₂ solution is important for reaction between system components. One of ways to optimize metal solution to extract ratio is change of components' concentration. In this case it should be considered that too high concentration of either metal or extract may lead to side effects such as nanoparticles' aggregation or non-homogeneity.

The following ratio was studied: extract:solution Ni(NO₃)₂ 1:9 and extract solution:CoCl₂ 3:7. In the second case color saturation was quicker. Further work was done on this ratio.

Reaction mixture pH optimization. Another way of optimization is to change reaction environment pH. Studies show that optimal pH may vary depending on plant extract and metal type. For example, study [9] found that optimal pH for gold nanoparticles synthesis with mint leaves extract was 9, while optimal pH for nickel and cobalt nanoparticles synthesis with bitter wormwood extract is 7 (Table 3).

Table 3 – HCl concentration and volume

pH value	C(HCl), mol/l	V(HCl), ml
3	$5 \cdot 10^{-2}$	1
4	$5 \cdot 10^{-2}$	0.1
5	$4 \cdot 10^{-4}$	5
6	$4 \cdot 10^{-4}$	0.5

Since reaction mixture pH is highly influential for synthesis outcome, its optimal value should be found. According to reference data, nickel and cobalt nanoparticles are formed in low-acidic environment, so synthesis was performed at pH values of each kind. According to the method, reaction was done by adding HCl to a certain pH in mixture.

Microscopy methods were used to describe nanoparticles structure and distribution, including size, shape and other parameters. EMF evaluation showed relatively equal distribution of Co^0 , Ni^0 . Data on Co^0 , Ni^0 distribution on 10 μm are given in Table 4, which suggests that in polymeric matrix M-Nitro-2023 metal yield is high; however, relative concentration non-homogeneity can be seen (Fig.1,2).

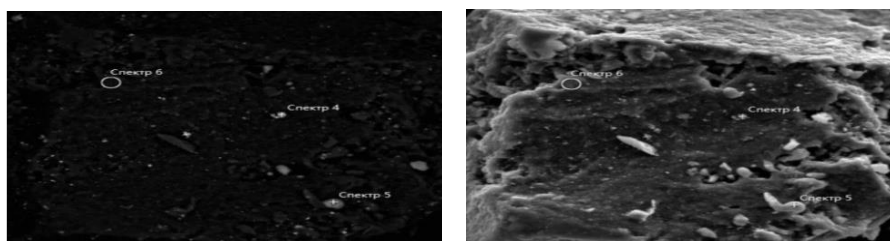


Figure 1 – Microphotographs of nickel and cobalt nanodispersion obtained with bitter wormwood extract (X-Act electronic microscope SEM)

Based on data by Malvern Zetasizer Nano 28 ZS90, obtained particle sizes are between 70 and 100 μm , which proves nanostructured nickel and cobalt particles formed in synthesis. Average particle size is 80 μm (Fig. 2).

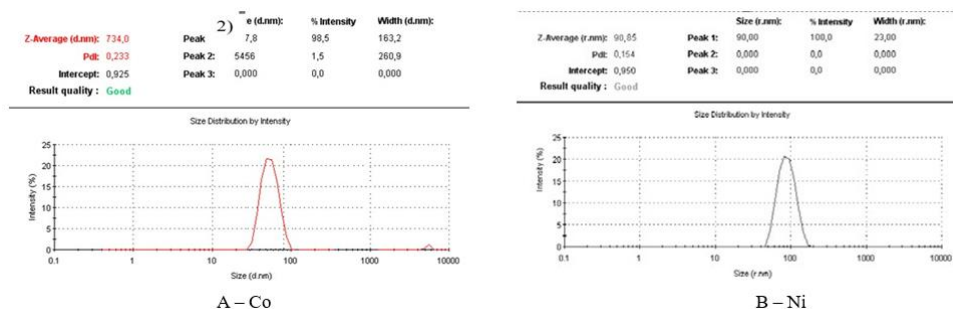


Figure 2 – Size distribution of nickel and cobalt nanoparticles

Microphotographs show that metals are close to lozenge and prism shape (Co^0), and Ni^0 are close to spherical shape. Nanoparticles distribution based on their average size was calculated to approximately 100 parts. Analysis was done by zooming microphotographs obtained using Sigma Scan software, nanoparticles distribution is shown further on the example of M-Nitro-Ni, Ni Co^0 -2023 mono – M-Nitro (Fig.3,4).

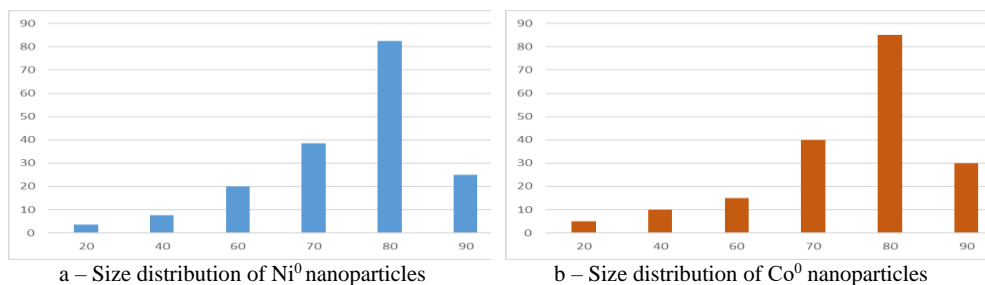


Figure 4 – Size distribution of Ni, Co

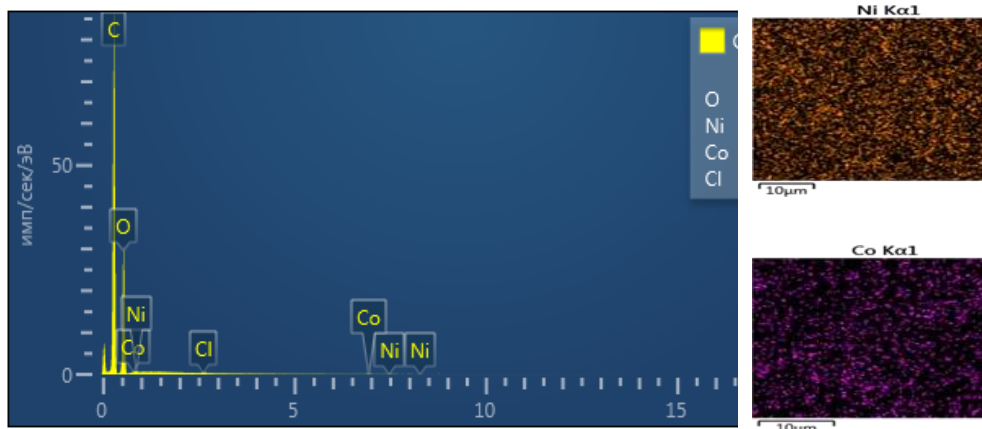


Figure 3 – Size distribution of Ni^0 , Co^0 nanoparticles

Detailed information about the size, shape and distribution of Co^0 , Ni^0 nanoparticles is summarized in Table 4, where: M-Ni-AЖ-2023 – surface characteristics of nickel nanoparticles in bitter wormwood; M-Co-AЖ-2023- characterization of cobalt nanoparticles in bitter wormwood. M-Ni-MЖ-2023 – surface characteristics of nickel nanoparticles obtained from yarrow extract; M-Co-MЖ-2023, M-Ni-MЖ-2023 - surface characteristics of metal nanoparticles obtained from yarrow extract.

Ethanol extracts of bitter wormwood, yarrow and plantain created a favorable environment for deoxidation of nanoparticles of Ni , Co . Average amount of NPs in 10 µm: 1200 ± 10 , lozenge, (M-Ni-Ac-2023); 1100 ± 50 , prism,

(M-Co-AЖ-2023); 1800 ± 150 , prism, 1230 ± 100 (M-Ni-MЖ-2023); 1000 ± 50 (M-Co-MЖ-2023); 520 ± 50 pcs. Ni/ 480 ± 50 pcs. M-Ni-ЖЖ-2023); 500 ± 50 pcs. Co (M-Co-ЖЖ-2023); volume sizes of nanoparticles M-Ni-AЖ-2023 were small, concentration was insignificant. Volume sizes and distribution of bitter wormwood and plantain nanoparticles were deoxidized by large amount of metal from bitter wormwood comparing to sprouts.

Table 4 – Main surface characteristics and complexes morphology

Complex	NPs size, μm	NPs morphology	NPs in 10 μm
M-Ni-AЖ*-2023	70 ± 5	Lozenge	1200 ± 10
M-Co-AЖ*-2023	73 ± 5	Lozenge, prism	1100 ± 50
M-Ni-MЖ*-2023	68 ± 6	Lozenge	1230 ± 100
M-Co-MЖ*-2023	74 ± 5	Lozenge, prism	1000 ± 50
M-Ni-ЖЖ*-2023	72 ± 4	Lozenge	540 ± 50 for Ni
M-Co-ЖЖ*-2023	76 ± 6	Lozenge, prism	500 ± 50 for Co

* AЖ – bitter wormwood; MЖc – yarrow; ЖЖc – plantain

Studies of nanoparticles use as new growth intensifiers for agricultural crops show intensity and growth and germination peculiarities for the following crops at the first stage: vegetables (tomato, radish); annuals (dill, parsley).

Table 5 below with seeds study results shows presence of rapid regionalizations of germination speed and growth energy in experimental and test versions.

Table 5 – Vegetables and annual plant seeds germination intensity

Types of plant crops	Germination rate, %		Relative superiority over the test indicator, %
	Growth stimulator use	Test (control)	
Dill	75 ± 3	67 ± 3	12
Radish	85 ± 3	75 ± 3	13.3
Parsley	90 ± 3	79 ± 3	14
Tomato	71 ± 3	63 ± 3	12.7

Images of vegetables and annuals are given below (Fig. 5). To compare plant biomass and morphological features of the plants which used test and growth stimulator, they were separated from soil and compared to other plants of the same kind of 1–2 months old. Figure 5 shows comparative images of tomato sprouts.

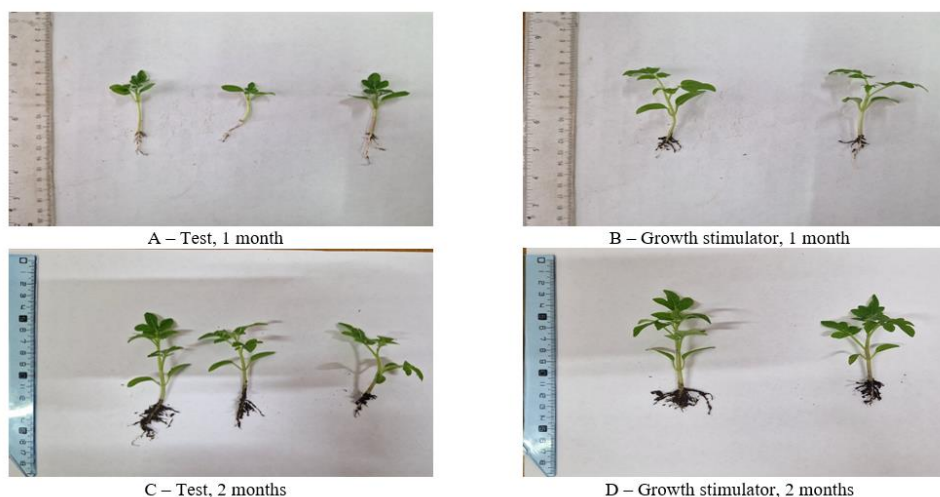


Figure 5 – Tomato morphological features definition

Growth intensity of vegetables grown using stimulator on southern black-earth soil increased by 12%, and one of annual plants – by 13%. Morphological features of young plants at 1–2 months are given in Table 6 (Fig. 5).

Table 6 – Morphological features of vegetables and annual plants

Types of crops	Parameters	Height, cm	Diameter, cm	Leaf length, cm	Leaf width, cm	Number of leaves	Root length
Dill	Growth stimulator	25	1.5	5	3	–	5.5
	Test	18	1	3.5	1.5	-	4
Radish	Growth stimulator	20	15	7	4	14	3.3
	Test	13	8	5.5	2.3	12	3
Parsley	Growth stimulator	10	8	3	4	many	3
	Test	10	7	1.5	2.5	many	2.3
Tomato	Growth stimulator	16	12	5	2.5	25	5.0
	Test	13	9	3	2	20	4.8

Comparing to new growth intensifier and test results, plants that used growth intensifier had strong roots, thick stems, dark-green leaves and overall larger size. Tomato with growth intensifier had thicker stem, stem length was 16 cm, and plant diameter was 12 cm. Test plant height was 13 cm, plant diameter – approx. 9 cm. Thus, new growth intensifier M-Nitro-Ni,Co-2023 is effectively used for agricultural crops growth and germination.

4. Conclusion

Thus, we found primary conditions of biogenic nanoparticles synthesis using various herbal extracts. Plant screening revealed bioactive substances. Studies identified flavonoids providing strong deoxidizing features of bitter wormwood (*Artemisia*), yarrow (*Achillea nobilis*) and plantain (*Psylliostachys*). Nickel and cobalt nanodispersion synthesis with bitter wormwood extract was done at 45°C, pH=4, for 1 hour. Nanoparticles Ni⁰, Co⁰ synthesized from bitter wormwood have the following average size according to microscope data: 70 Ni⁰, 73 Co⁰ μm, with NPs having lozenge/prism shape.

Ni⁰, Co⁰ nanodispersion synthesis with yarrow extract was done at 45°C, pH=4, for 1,5 hours. Ni⁰, Co⁰, synthesized from ethanol yarrow extract have the following size: 68 Ni⁰; 74 Co⁰ μm, with NPs having lozenge and lozenge/prism shape. Nanoparticles Ni⁰, Co⁰, synthesized from ethanol plantain extract have the following size: 72 Ni⁰; 76 Co⁰ μm, with NPs having prism shape.

New growth intensifier (M-Nitro-Ni,Co) was used to intensify annual plants and vegetables germination and growth; as a result, they had stronger roots, thicker stems, dark-green leaves and larger size compared to test ones. New growth intensifier M-Nitro-Ni,Co-2023 increased agricultural crops growth and germination rate by approximately 15%.

Conflict of Interest: There is no conflict of interest between the authors.

ӨСІМДІКТЕР НЕГІЗІНДЕ МЕТАЛЛ НАНОБӨЛШЕКТЕРІН СИНТЕЗДЕУ ЖӘНЕ ОЛАРДЫ АУЫЛ ШАРУАШЫЛЫҒЫ ДАҚЫЛДАРЫНЫҢ ӨСУІ МЕН ӨНУІН ЖАҚСARTU YШІН ҚОЛДАНУ

Т.О. Хамитова^{1}, Г.М. Жұманазарова², С.Тянах³, А.К.Ковалева^{3*}, D.Navlicek³*

¹«С.Сейфуллин атындағы Қазақ агротехникалық зерттеу университеті» КЕАҚ, Астана, Қазақстан

²Қарағанды индустриалды университеті, Теміртау, Қазақстан

³«Академик Е.А.Бөкетов атындағы Қарағанды университеті» КЕАҚ, Қарағанды, Қазақстан

⁴Карлов университеті, Прага, Чехия

*E-mail: khamitova.t@inbox.ru, cherry-girl1899@mail.ru

Түйіндемe: Кіріспе. Биосинтез арқылы алынған кейбір металдардың нанобөлшектері олардың бетіндегі сығындыдан компоненттердің сорбциялануына байланысты оңтайлы фармакологиялық қасиеттерге ие, бұл өз кезегінде олардың қолдану аясын кеңейтеді. Осы себептерге байланысты металл нанобөлшектерін синтездеуде биологиялық әдістерді оңтайландыру мәселесі қазіргі уақытта өзекті болып табылады. Жұмыстың мақсаты: *Artemisia* (ащы жусан), *Psylliostachys* (жолжелкен), *Achillea nobilis* (мыңжапырақ) өсімдік сығындыларын пайдаланып, металл нанодисперсияларын синтездеу және ауылшаруашылық дақылдарын өсіруде қолдану бойынша тәжірибелік мәліметтерді ұсыну. Әдістемe. Бұл әдістің ерекшелігі өсімдік материалдарынан сығындыларды дайындау арқылы нанобөлшектерді синтездеудің экологиялық таза тәсілін қолдану болып табылады. Синтезге арналған өсімдік шикізаты, синтез жағдайлары (температура, рН мәні, металл тұздарының қатынасы: экстракт) эксперименталды түрде таңдалды. Ащы жусанның сығындысы болған кезде *Psylliostachys* немесе *Achillea nobilis* қолданғанға қарағанда, нанобөлшектердің түзілуі тезірек жүретіні анықталды. Синтезделген күміс нанобөлшектері микроскопия және спектроскопия көмегімен зерттелді. *Зерттеу нәтижелері.* Алынған

бөлшектердің өлшемдері 70 пен 100 мкм аралығында, бұл нанокұрылымды никель мен кобальт бөлшектерін дәлелдейді. Бөлшектердің орташа мөлшері 80 мкм. Бір жылдық шөптер мен көкөністердің өсуі мен өнуін арттыру үшін жаңа өсу стимуляторы M-Nitro-Ni,Co қолданылды; нәтижесінде олардың тамыры күшті, сабақтары қалың, жапырақтары қара-жасыл және сыналғандармен салыстырғанда үлкенірек болды.

Түйін сөздер: нанобөлшектер, сығынды, металл нанодисперсиясы, жасыл синтез, *Artemisia (жусан)*, *Psylliostachys (жолжелкен)*, *Achillea nobilis (мыңжапырақ)*

<i>Хамитова Толкын Ондирисовна</i>	<i>PhD</i>
<i>Жұманазарова Ғазиза</i>	<i>докторант</i>
<i>Тянах Сайрагүл</i>	<i>докторант</i>
<i>Ковалева Анна Константиновна</i>	<i>PhD</i>
<i>Havlicek David</i>	<i>қауымдастырылған профессор, RND</i>

СИНТЕЗ НАНОЧАСТИЦ МЕТАЛЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАСТЕНИЙ ДЛЯ УВЕЛИЧЕНИЯ РОСТА И ВСХОЖЕСТИ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ КУЛЬТУР

Т.О. Хамитова^{1*}, *Г.М. Жұмазарова*², *С.Тянах*³, *А.К.Ковалева*^{3*}, *Д.Хавличек*⁴

¹*Казакский агротехнический исследовательский университет им. С. Сейфуллина, Астана, Казакстан*

²*Карагандинский индустриальный университет, Темиртау, Казакстан*

³*Карагандинский университет имени академика Е.А.Букетова, Караганда, Казакстан*

⁴*Карлов университет, Прага, Чехия*

*E-mail: khamitova.t@inbox.ru, cherry-girl1899@mail.ru

Резюме: *Введение.* Наночастицы некоторых металлов, полученные путем биосинтеза обладают интересными фармакологическими свойствами из-за сорбции на их поверхности компонентов из экстракта, что расширяет круг их применения. По этим причинам вопрос оптимизации биологических способов синтеза наночастиц металлов актуален в настоящий момент. *Цель настоящей работы* – представить экспериментальные данные по синтезу нанодисперсий металлов с использованием растительных экстрактов *Artemisia (горькая полынь)*, *Psylliostachys (подорожника)*, *Achillea nobilis (тысячелистника)* и использования при выращивании сельскохозяйственных культур. *Методология.* Особенностью этого метода является использование более экологичного подхода к синтезу наночастиц путем приготовления экстрактов из растительного сырья. Экспериментально подобрано растительное сырье для синтеза, условия синтеза (температура, значение pH, соотношение солей металлов:экстракт). Установлено, что в присутствии экстракта полыни горькой образование наночастиц происходит быстрее, чем при использовании *Psylliostachys (подорожник)* или *Achillea nobilis (тысячелистник)*. Синтезированные наночастицы серебра были изучены методами микроскопии и спектроскопии. *Результаты.* Полученные размеры частиц составляют от 70 до 100 мкм, что свидетельствует о наноструктурированных частицах никеля и кобальта. Средний размер частиц составляет 80 мкм. Новый стимулятор роста M-Nitro-Ni,Co использовался для увеличения роста и всхожести однолетних трав и овощей; в результате они имели более сильные корни, более толстые стебли, темно-зеленые листья и больший размер по сравнению с опытными.

Ключевые слова: наночастицы, экстракт, нанодисперсия металлов, зеленый синтез, *Artemisia (полынь)*, *Psylliostachys (подорожник)*, *Achillea nobilis (тысячелистник)*

<i>Хамитова Толкын Ондирисовна</i>	<i>PhD</i>
<i>Жуманазарова Гаиза</i>	<i>докторант</i>
<i>Тянах Сайрагуль</i>	<i>докторант</i>
<i>Ковалева Анна Константиновна</i>	<i>PhD</i>
<i>Havlicek David</i>	<i>асс. профессор, RNDr</i>

References

1. Amit Kumar Mittal, Yusuf Chisti, Uttam Chand Banerjee. Synthesis of metallic nanoparticles using plant extracts. *J. Biotechnology advances*, **2013**, *31*, 346–356
2. Gan P.P., Li S.F. *Rev. Environ. Sci. Biotechnol.*, **2012**, *11*, 169–206 pp.
3. Mallikarjuna K, Narasimha G, Dillip GR, Praveen B, Shreedhar B, et al. Green Synthesis of Silver Nanoparticles Using Ocimum Leaf Extract and their Characterization. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, **2011**, *6*, 181–186 pp.
4. Narayanan KB, Sakthivel N. Green synthesis of biogenic metalnanoparticles by terrestrial and aquatic phototrophic and heterotrophiceukaryotes and biocompatible agents. *Colloid Interface Sci.*, **2011**, *169*, 59–79 pp.
5. Iravani S, Zolfaghari B. Green synthesis of silver nanoparticles using Pinus eldarica bark extract. *Biomed Res Int.*, **2013**, 639–725 pp.
6. Mittal A.K., Chisti Y., Banerjee U.C. Synthesis of metallic nanoparticles using plant extracts. *Biotechnol Adv.* **2013**, *31*, 346–356 pp.
7. Zain N.M., Stapley A.G., Shama G. Green synthesis of silver and copper nanoparticles using ascorbic acid and chitosan for antimicrobial applications. *Carbohydr. Polym.* **2014**, *112*, 195–202 pp.
8. Makarov V.V. «Green» Nanotechnologies: Synthesis of Metal Nanoparticles Using Plants. *Acta nature*, **2014**, *6(1)*, 35–44 pp.

IMPROVED SORPTION OF PRASEODYMIUM IONS FROM NITRATE SOLUTIONS BY ACTIVATED ION EXCHANGERS

T.K. Jumadilov¹, D.M. Myrzabay¹, Z.D. Ibragimova^{2*},

¹Bekturov Institute of Chemical Sciences, Almaty, Kazakhstan

²Kazakh-British Technical University, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: zaribragimova@mail.ru

Abstract. *Introduction.* In this research, we investigated the praseodymium ions sorption by the ion exchangers KU-2-8 (H⁺ form) and AV-17-8 (OH⁻ form) as an interpolymer system called "KU-2-8:AV-17-8" (X:Y) with the molar ratio of ionic groups X:Y (6:0, 5:1, 4:2, 3:3, 2:4, 1:5, and 0:6) in praseodymium nitrate solution. To be clear, two cross-linked polymers having active functional groups that are in the same solution but not in direct contact form an interpolymer system. *The purpose* of our research to demonstrate how activating ion exchangers as functional polymers by remote contact in an aqueous medium enhances the sorption of a variety of valuable metals and their compounds from industrial waste solutions, including praseodymium. *Objects.* Ion exchangers that are mutually activated in an aqueous medium undergo conformational and electrochemical changes that lead to a shift in their state from neutral to highly ionized and an increase in their sorption activity toward target metal ions. *Results.* The experimental findings showed that the sorption activity of the interpolymer system KU-2-8:AV-17-8 (5:1) increased significantly when compared to praseodymium ions (43 %), but the sorption activity of the raw KU-2-8 (6:0) and raw AV-17-8 (0:6) had the same values of 25 % and 5 %, respectively. *Conclusion.* This research sheds light on a novel and promising approach to improve the efficiency of ion exchangers, opening possibilities for the effective recovery and removal of valuable metals from complex solutions. Additionally, it holds practical implications for sustainable waste management and resource recycling, contributing to the advancement of environmental protection and resource conservation in various industrial sectors. Further investigations and optimization of the interpolymer system could yield substantial benefits for greener and more resource-efficient future sorption technologies.

Key words: ion exchangers, interpolymer system, activation, nitrate solution, process, technology, sorption, ICP-OES, residual concentration, praseodymium

Jumadilov Talkybek Kozhatayevich

Doctor of Chemical Sciences, Professor,

e-mail: jumadilov_tk@mail.ru

Myrzabay Dinara Melskyzy

Technologist pharmacist, e-mail:

dinmelskyzy01@gmail.com

Ibragimova Zarema Daurenovna

Bachelor, e-mail: zaribragimova@mail.ru

Citation: Jumadilov T.K., Myrzabay D.M., Ibragimova Z.D. Improved Sorption of Praseodymium Ions from Nitrate Solutions by Activated Ion Exchangers. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 4(84), 40-50. DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.38>

1. Introduction

Praseodymium is a rare earth element with various applications, including magnet production [1], lighting [2], lasers [3], and more. The increasing demand for its manufacturing has driven research into alternative sources of praseodymium [4, 5]. Industrial aqueous waste could serve as an additional source for its production [6]. Currently, several methods for recovering metals from solutions have been developed, such as chemical precipitation [7], membrane filtration [8], and adsorption [9]. Among these approaches, adsorption stands out as one of the most promising due to its high efficiency and low cost [10].

Ion exchangers are being long employed as adsorbents in order to remove various metal ions from solutions [11-15]. These porous materials contain exchangeable functional groups (e.g., carboxylic, sulfonic, or amino groups) [16] that can interact with metal ions in an aqueous environment through electrostatic attraction. The activation step is necessary to modify the conformational and electrochemical characteristics of the ion exchangers, rendering them highly ionized [17]. To achieve this, polypropylene meshes with polymers inside were put at some distance from each other within a glass container filled with double-distilled water. This setup established an interpolymer system KU-2-8:AV-17-8 (X:Y), where X:Y represents the molar ratio of ionic groups (ranging from 6:0 to 0:6) (see figure 1).

In hydrometallurgy, an urgent need for the formation of highly efficient sorption technology aimed at recovering valuable rare earth elements (REEs) from waste solutions [18, 19]. Nevertheless, despite numerous attempts to create polymeric sorbents, only a limited number have found practical applications [20, 21]. This is largely attributed to the low selectivity exhibited by most ion exchangers, alongside the challenges in adapting them to intricate industrial solutions [22]. Recent times have witnessed a growing interest in the utilization of interpolymer systems for the sorption of rare earth metal ions from aqueous solutions [23]. The reciprocal activation of these ion exchangers induces conformational and electrochemical modifications, leading to their transformation into a highly ionized state and subsequently enhancing sorption activity [24].

The novelty of the present research lies in the implementation of the activated ion exchangers KU-2-8 and AV-17-8 as the interpolymer system for the extraction of praseodymium cations from an aqueous medium.

2. The experimental part

In this study, we employed various instruments and equipment to meticulously assess the diverse properties of the solutions. For discerning the specific electrical conductivity and effectively characterizing the polyelectrolyte dissociation equilibrium, we utilized the MARK-603 conductometer (Vzor, Russia). To quantify the concentration of hydrogen ions essential for investigating the solution's acid-base attributes, we employed the Metrohm 827 pH-meter pH-Lab (Metrohm AG, Switzerland). For the determination of polymer sample mass, we turned to the Shimadzu AY220 (Shimadzu Corporation, Japan). To ascertain

the concentration of praseodymium (III) ions within the test solutions, we conducted optical density measurements using the Jenway-6305 spectrophotometer (Jenway, UK). Each measurement was performed in triplicate, and the precision of our measurements maintained a margin of error not exceeding 1 %.

Materials. In the ongoing research, the subsequent materials were employed: (1) Strongly acidic KU-2-8 (H^+ form) obtained from Azot, Ukraine – a crosslinked ion exchanger based on styrene and divinylbenzene (with granule size ranging from 0.40 to 0.55 mm); (2) Strongly basic AV-17-8 (OH^- form), also acquired from Azot, Ukraine – a gel-type anion exchanger based on a copolymer of styrene and divinylbenzene (with granule size spanning 0.3 to 1.2 mm).

The reagents employed were as follows: for the introduction of praseodymium ions into the solution, praseodymium (III) nitrate hexahydrate (Sigma-Aldrich, Germany) with a purity of 99.9 % trace metals base was utilized. To quantify the praseodymium concentrations within the examined materials, the powdered form of the arsenazo III metal indicator reagent (Sigma-Aldrich, Germany) served as the color-forming agent. Additionally, perchloric acid ($HClO_4$) (70 % ACS reagent, Sigma-Aldrich, Germany) was employed to produce the standard solution.

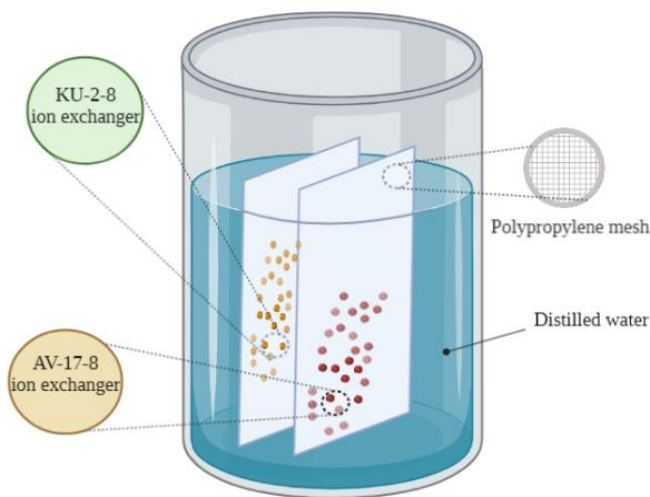


Figure 1 - Illustration of the activation process of the interpolymer system KU-2-8:AV-17-8 (X:Y) in an aqueous medium

Initiation of the Interpolymer System. Our earlier studies [24] have shown that polymers may be converted into a highly ionized state more easily when polyelectrolytes are mutually activated during their distant contact. The sorption efficiency of target metal ions is therefore noticeably increased as compared to the raw ion exchangers. Ion exchanger-containing polypropylene meshes were

arranged around 1-2 cm apart within a glass container filled with distilled water to start this activation process. The configuration shown in figure 1 represented the interpolymer system KU-2-8:AV-17-8 (X:Y, signifying the molar ratio of ionogenic groups).

Determination of the Praseodymium Ion Concentration. To conduct the experiments, a solution (1000 mL) containing praseodymium ions at a concentration of 100 mg/L was meticulously prepared. The objective was to investigate the sorption performance of the interpolymer system KU-2-8:AV-17-8 (X:Y) across varying ratios (6:0, 5:1, 4:2, 3:3, 2:4, 1:5, and 0:6) concerning praseodymium ions. This solution was carefully divided into seven individual glasses (each containing 100 mL). Subsequently, the ion exchangers KU-2-8 and AV-17-8 were introduced into separate polypropylene meshes, each in accordance with their respective molar ratios denoted as X:Y.

A Jenway-6305 spectrophotometer was used to determine the residual amounts of praseodymium ions in the solution. Further, the sorption degree (η) of the interpolymer system KU-2-8:AV-17-8 (X:Y) was calculated using Equation (1):

$$\eta = \frac{C_{initial} - C_{residual}}{C_{initial}} \times 100\% \quad (1)$$

where $C_{initial}$ and $C_{residual}$ are the initial and residual concentrations (in g/L) of praseodymium ions in the test solutions, respectively.

Calibration Curve Plotting. To establish the calibration curve, an initial solution of praseodymium (III) nitrate hexahydrate was prepared, with a concentration of 100 mg/L. This solution was subsequently diluted to create a working solution of 10 mg/L. Following this, a sequence of five standard solutions was meticulously prepared. Each standard solution contained 10, 20, 30, 40, and 50 μ g of the target analyte, within 50 mL of solution.

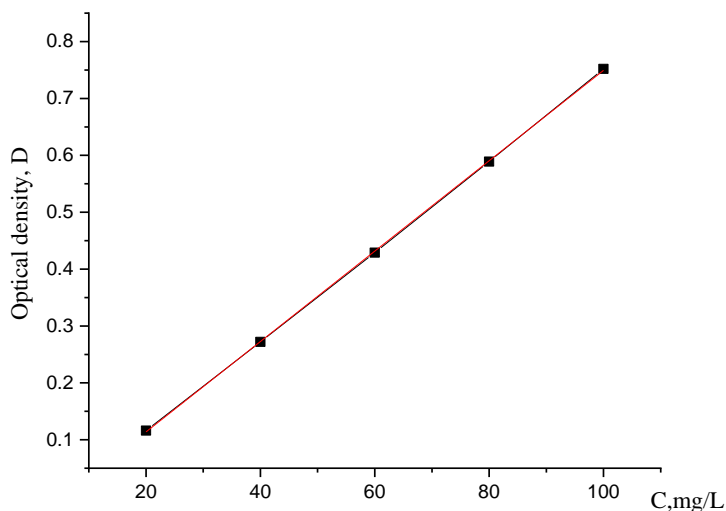


Figure 2 - The calibration curve for determining the praseodymium concentrations in the test solutions

These standard solutions were then transferred into 50 mL volumetric flasks. In each flask, 12 mL of a 0.015% arsenazo III reagent and 2 mL of 0.08M perchloric acid were introduced. Distilled water was added to each flask to achieve a final volume of 50 mL. After allowing the mixtures to stand for 15 minutes, the measurement process was initiated. The optical density (D) of the formed praseodymium ion complexes within the solutions was determined using a Jenway-6305 spectrophotometer. The calibration curve (figure 2) was plotted by the Origin Pro software (OriginLab Corporation, Massachusetts, USA) (r^2 value was 0.99605).

A polymer sorption degree (when customized to a given application) can be used to improve its performance. Understanding a polymer's sorption properties, for example, might allow for changes to its surface chemistry to improve selectivity for certain compounds or stability in different settings.

3. Results and their discussion

Figure 3 shows that the interpolymer system KU-2-8:AV-17-8 (X:Y) demonstrated the highest sorption activity towards praseodymium ions at molar ratios 5:1. As a result, the above-mentioned in-terpolymer system was chosen for further detailed comparison with the raw KU-2-8 (6:0) and raw AV-17-8 (0:6) ion exchangers (figure 5).

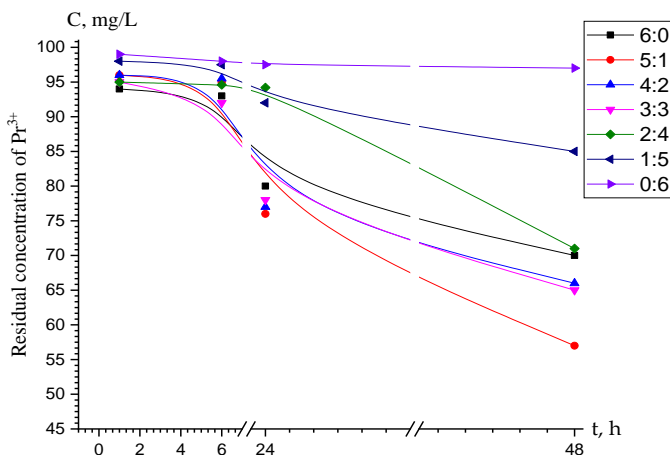


Figure 3 - The residual concentration of praseodymium ions in a solution after sorption as a function of time

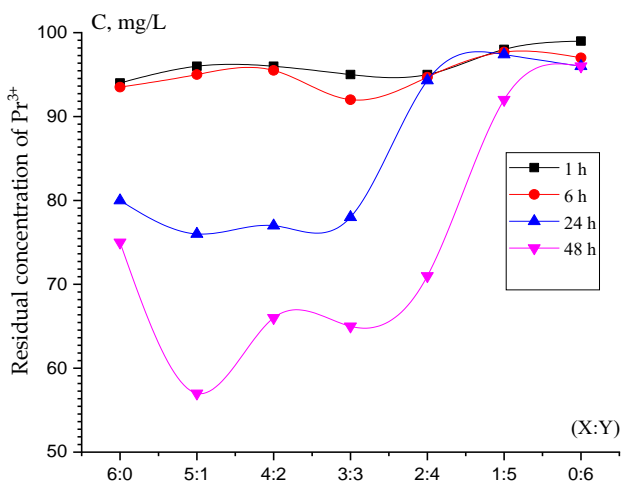


Figure 4 - The residual concentration of praseodymium ions in a solution after sorption as a function of molar ratios (X:Y)

Figure 4 presents the data on the residual concentration of praseodymium ions in a solution after sorption as a function of molar ratios (X:Y). The data (figure 4) demonstrates that the interpolymers system KU-2-8:AV-17-8 (X:Y) shows the highest sorption activity toward praseodymium ions at molar ratios 5:1 after 48 hours of interaction.

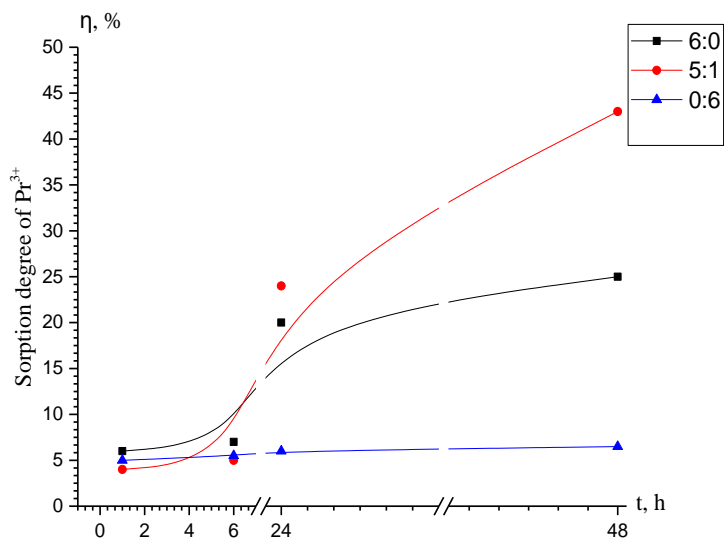


Figure 5 - Sorption degree of praseodymium ions by the interpolmer system KU-2-8:AV-17-8 (5:1) in comparison with the raw ion exchangers (6:0 and 0:6) over time

Figure 5 demonstrates that after 48 hours of interaction, the interpolmer system KU-2-8:AV-17-8 (5:1) showed the maximum degree of praseodymium ions sorption (43 %), while the similar values for the raw KU-2-8 (6:0) and raw AV-17-8 (0:6) ion exchangers were 25 % and 5 %, respectively.

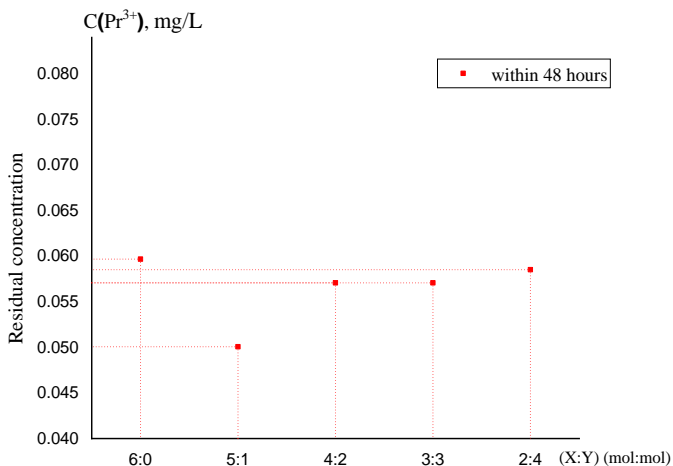


Figure 6 - ICP-OES analysis of the residual praseodymium ions concentration in the test solutions after 48 hours of sorption

Furthermore, we used the ICP-OES analytical technique (figure 6) to validate the previously obtained data. At a molar ratio of 5:1 from figure 3, we observed low values (indicating high sorption) for the residual concentration of praseodymium ions in the solution. The experimental results not only corroborate the improved sorption activity of the KU-2-8:AV-17-8 interpolymer system (5:1) but also highlight its superiority over the initial (raw) KU-2-8 (6:0) and AV-17-8 (0:6) ion exchangers when it comes to sorbing praseodymium ions.

4. Conclusion

The effectiveness of employing interpolymer systems as effective sorbents for the removal of different metal ions from liquid solutions is underlined in this work. By producing strong ionization, we increased the sorption activity of both acidic and basic ion exchangers in aqueous media. According to the experimental results, the interpolymer system KU-2-8:AV-17-8 (5:1), with initial (raw) ion exchangers KU-2-8 (6:0) and AV-17-8 (0:6), registered values of 25% for the optimum praseodymium ion sorption.

Future research should prioritize a detailed examination of sorption and desorption mechanisms, a complete examination of the economic situation, a study of techniques for regenerating interpolymer systems, and a broadening of the scope of applied research. These efforts are necessary for a comprehensive assessment of the potential for extracting praseodymium ions from secondary sources and the introduction of large-scale industrial sorption processes.

Acknowledgments: This research was funded by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. BR18574042).

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

БЕЛСЕНДІРІЛГЕН ИОН АЛМАСТЫРҒЫШТАРМЕН НИТРАТ ЕРІТІНДІЛЕРІНЕН ПРАЗЕОДИМ ИОНДАРЫНЫҢ ЖАҚСАРТЫЛҒАН СОРБЦИЯСЫ

Т.Қ. Жұмаділов¹, Д.М. Мырзабай¹, З.Д. Ибрагимова^{2}*

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

²Қазақстан-Британ техникалық университеті, Алматы, Қазақстан

*E-mail: zaribragimova@mail.ru

Түйіндемe. *Кіріспе.* Бұл зерттеу «КУ-2-8:АВ-17-8» интерполимерлік жүйесінде орналасқан КУ-2-8 (Н⁺ пішіні) және АВ-17-8 (ОН⁻ пішіні) сияқты белсендірілген ион алмасу шайырларымен празеодим иондарының сорбциясын зерттеді. Иондық топтардың молярлық қатынасы Х:У (6:0, 5:1, 4:2, 3:3, 2:4, 1:5, және 0:6), содан кейін празеодим нитратының ерітінділеріне батырылады. Түсіндіру үшін интерполимер жүйесі-бұл бір сулы ерітіндіде орналасқан, бірақ тікелей байланыссыз белсенді функционалды топтары бар екі өзара байланысқан полимерлердің тіркесімі. *Жұмыс мақсаты.* Біздің зерттеуіміздің мақсаты - металдардың кең спектрінің (соның ішінде празеодим) және олардың өнеркәсіптік қалдық ерітінділерінен қосылыстарының сорбциясын жақсарту үшін су ортасындағы қашықтықтан өзара әрекеттесу арқылы функционалды полимерлер ретінде ион алмасу шайырларын белсендірудің әсерін көрсету. *Әдістер.* Сулы ортадағы ион алмастырғыштардың өзара белсендірілуі конформациялық және электрохимиялық өзгерістерге әкелді, бұл олардың жоғары иондалған күйге өтуіне әкелді, содан кейін мақсатты металл иондарына қатысты сорбциялық белсенділік жақсарды. *Нәтижелер және талқылау.* Біздің

эксперименттік нәтижелеріміз КУ-2-8:АВ-17-8 (5:1) интерполимерлік жүйесі празеодим иондарына катысты сорбциялық белсенділіктің (43 %) айтарлықтай өскенін көрсетті, ал бастапқы КУ-2-8 (6:0) және АВ-17-8 (0:6) сәйкесінше 25 % және 5 % құрады. *Тұжырым.* Бұл зерттеу күрделі ерітінділерден құнды металдарды тиімді алу мүмкіндіктерін аша отырып, ион алмастырғыш шайырлардың тиімділігін арттырудың жаңа және перспективалы тәсіліне жарық түсіреді. Сонымен қатар, зерттеу қалдықтарды тұрақты басқару және ресурстарды қайта өңдеу үшін практикалық маңызға ие, бұл әртүрлі салаларда қоршаған ортаны қорғау мен ресурстарды үнемдеуді жақсартуға ықпал етеді. Интерполимерлік жүйелерді одан әрі зерттеу және оңтайландыру экологиялық және ресурстарды үнемдейтін сорбциялық технологияларының дамуына айтарлықтай үлес қоса алады.

Түйінді сөздер: ион алмастырғыштар, интерполимер жүйесі, активация, нитрат ерітіндісі, процесс, технология, сорбция, ICP-OES, қалдық концентрациясы, празеодим

Жұмаділов Талқыбек Қожатайұлы

Химия ғылымдарының докторы

Мырзабай Динара Мәлсқызы

Инженер-технолог

Ибрагимова Зарема Дауреновна

Бакалавр

УЛУЧШЕННАЯ СОРБЦИЯ ИОНОВ ПРАЗЕОДИМА ИЗ НИТРАТНЫХ РАСТВОРОВ АКТИВИРОВАННЫМИ ИОНООБМЕННЫМИ СМОЛАМИ

Т.К. Джумадилов¹, Д.М. Мырзабай¹, З.Д. Ибрагимова^{2}*

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

²АО «Казахстанско-Британский технический университет», Алматы, Казахстан

*E-mail: zaribragimova@mail.ru

Резюме. *Введение.* В данном исследовании изучалась сорбция ионов празеодима такими активированными ионообменными смолами как КУ-2-8 (H⁺ форма) и АВ-17-8 (ОН форма), находящихся в интерполимерной системе "КУ-2-8:АВ-17-8" с молярными соотношениями ионных групп равных Х:У (6:0, 5:1, 4:2, 3:3, 2:4, 1:5, и 0:6), далее погружаемых в растворы нитрата празеодима. Для пояснения, интерполимерная система представляет собой комбинацию двух сшитых полимеров с активными функциональными группами, находящимися в одном и том же водном растворе, но без прямого контакта. *Цель* нашего исследования - демонстрация эффекта активации ионообменных смол как функциональных полимеров путем их дистанционного взаимодействия в водной среде для улучшения сорбции широкого спектра целевых металлов (включая празеодим) и их соединений из растворов промышленных отходов. *Методология* работы заключалась в проведении взаимной активации ионообменников в водной среде для приведения их к конформационным и электрохимическим изменениям, с последующим переходом во высокоионизированное состояние и улучшенной сорбционной активностью по отношению к ионам целевого металла празеодима. *Результаты и обсуждение.* Экспериментальные результаты показали, что интерполимерная система КУ-2-8:АВ-17-8 (5:1) продемонстрировала значительное увеличение сорбционной активности (43 %) по отношению к ионам празеодима, в то время как аналогичные значения для исходных КУ-2-8 (6:0) и АВ-17-8 (0:6) составили 25 % и 5 %, соответственно. *Заключение.* Данное исследование проливает свет на новый и многообещающий подход к повышению эффективности ионообменных смол, открывая возможности для эффективного извлечения ценных металлов из сложных растворов. Кроме того, исследование имеет практическое значение для устойчивого управления отходами и вторичной переработки ресурсов, способствуя улучшению охраны окружающей среды и ресурсосбережения в различных отраслях промышленности. Дальнейшие исследования и оптимизация интерполимерных систем могут принести существенный вклад в развитие более экологических и ресурсосберегающих сорбционных технологий.

Ключевые слова: ионообменные смолы, интерполимерная система, активация, нитратный раствор, процесс, технология, сорбция, ICP-OES, остаточная концентрация, празеодим

*Джумадилов Талкыбек Кожатаевич**Доктор химических наук**Мырзабай Динара Мэлскызы**Инженер-технолог**Ибрагимова Зарема Дауреновна**Бакалавр*

References

- Barbosa L.P., Takiishi H., Faria, R.N. //The effect of praseodymium content on the microstructure and magnetic properties of PrFeCoBnB HDDR magnets. *J. Magn. Magn. Mater.*, **2004**, 270(3), 291–297. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2003.08.026>
- Damdee B., Kirdsiri K., Kaewkhao J. //Studies of luminescence properties of praseodymium ions in gadolinium barium borate-based glasses for reddish-orange lighting applications. *Mater. Today: Proceedings*, **2021**, 43, 2516–2524. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.04.611>
- Ahmad H., Nizamani B., Samion M.Z., Yasin M. //Wideband ultrafast mode-locked Praseodymium- and Erbium-doped fiber lasers using zinc phosphate at 1.3- and 1.5 μm . *Opt. Fiber Technol.*, **2023**, 76, 103241. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.yofte.2023.103241>
- Omodara L., Pitkääho S., Turpeinen E.-M., Saavalainen P., Oravisjärvi, K., Keiski R.L. //Recycling and substitution of light rare earth elements, cerium, lanthanum, neodymium, and praseodymium from end-of-life applications - A Review. *J. Clean. Prod.* **2019**, 236, 117573. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.07.048>
- Dardona M., Mohanty S.K., Allen M.J., Dittrich T.M. //From ash to oxides: Recovery of rare-earth elements as a step towards valorization of coal fly ash waste. *Sep. Purif. Technol.* **2023**, 314, 123532. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.123532>
- Jumadilov T., Utesheva A., Grazulevicius, J., Imangazy, A. //Selective sorption of cerium ions from uranium-containing solutions by remotely activated ion exchangers. *Polymers*, **2023**, 15(4), 816. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym15040816>
- León-Venegas E., Vilches-Arenas L.F., Fernández-Baco, C., Arroyo-Torralvo F. //Potential for water and metal recovery from acid mine drainage by combining hybrid membrane processes with selective metal precipitation. *Resour Conserv Recycl.*, **2023**, 188, 106629. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2022.106629>
- Chauhan M.S., Rahul A.K., Shekhar S., Kumar, S. //Removal of heavy metal from wastewater using ion exchange with membrane filtration from Swarnamukhi River in Tirupati. *Mater. Today: Proceed.*, **2023**, 78, 1–6. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.08.280>
- Jumadilov T.K., Malimbayeva Z.B., Khimersen K., Saparbekova I.S., Imangazy A.M., Suberlyak, O.V. //Specific features of praseodymium extraction by intergel system based on polyacrylic acid and poly-4-vinylpyridine hydrogels. *Bull. Karaganda Univ. Chem. Ser.*, **2021**, 103(3), 53–59. DOI: <https://doi.org/10.31489/2021Ch3/53-59>
- Yskak L.K., Jumadilov T.K., Totkhuskyzy B., Zhambylbay N.Zh., Myrzakhmetova N.O. // Sorption of lanthanum ions by the interpolymer system based on industrial ion exchangers «Amberlite IR-120:AV-17-8». *Reports of NAS RK*, **2021**, (4), 137–142. DOI: <https://doi.org/10.32014/2021.2518-1483.70>
- Bashir A., Malik L.A., Ahad S., Manzoor T., Bhat M.A., Dar, G.N., Pandith A.H. //Removal of heavy metal ions from aqueous system by ion-exchange and biosorption methods. *Environ. Chem. Lett.*, **2018**, 17(2), 729–754. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10311-018-00828-y>
- Araucz K., Aurich A., Kołodyńska, D. //Novel multifunctional ion exchangers for metal ions removal in the presence of citric acid. *Chemosphere*, **2020**, 251, 126331. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.126331>
- Kołodnyńska D., Fila D., Hubicki Z. //Evaluation of possible use of the macroporous ion exchanger in the adsorption process of rare earth elements and heavy metal ions from spent batteries solutions. *Chem. Eng. Process - Process Intensif.*, **2020**, 147, 107767. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ccep.2019.107767>
- Wong C.-W., Barford J.P., Chen G., McKay G. //Kinetics and equilibrium studies for the removal of cadmium ions by Ion Exchange Resin. *J. Environ. Chem. Eng.*, **2014**, 2(1), 698–707. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jece.2013.11.010>
- Wołowicz A., Staszak K., Hubicki Z. //Static sorption of heavy metal ions on ion exchanger in the presence of sodium dodecylbenzenesulfonate. *Adsorption*, **2019**, 25(3), 393–404. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10450-019-00014-8>

16. Helfferich, F.G. Ion Exchange. – **1995**. - Dover.
17. Jumadilov T., Yskak L., Imangazy A., Suberlyak, O. //Ion exchange dynamics in cerium nitrate solution regulated by remotely activated industrial ion exchangers. *Materials*, **2021**, 14(13), 3491. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma14133491>
18. Binnemans K., Jones P.T., Blanpain B., Van Gerven T., Pontikes Y. //Towards Zero-waste valorisation of rare-earth-containing industrial process residues: A critical review. *J. Clean. Prod.*, **2015** 99, 17–38. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.02.089>
19. Jha M.K., Kumari A., Panda R., Rajesh Kumar J., Yoo K., Lee J.Y. Review on hydrometallurgical recovery of rare earth metals. *Hydrometallurgy*, **2016**, 165, 2–26. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2016.01.035>
20. Nastasović A., Marković B., Suručić L., Onjia A. //Methacrylate-based polymeric sorbents for recovery of metals from aqueous solutions. *Metals*, **2022**, 12(5), 814. DOI: <https://doi.org/10.3390/met12050814>
21. Beaugeard V., Muller J., Graillet A., Ding X., Robin J.-J., Monge, S. //Acidic polymeric sorbents for the removal of metallic pollution in water: A Review. *React. Funct. Polym.*, **2020**, 152, 104599. <https://doi.org/10.1016/j.reactfunctpolym.2020.104599>
22. Czupryński P., Płotka M., Glamowski P., Żukowski W., Bajda, T. //An assessment of an ion exchange resin system for the removal and recovery of Ni, Hg, and Cr from wet flue gas desulphurization wastewater - a pilot study. *RSC Advances*, **2022**, 12(9), 5145–5156. DOI: <https://doi.org/10.1039/d1ra09426b>
23. Imangazy A., Jumadilov T., Khimersen K., Bayshibekov A. Enhanced sorption of europium and scandium ions from nitrate solutions by remotely activated Ion Exchangers. *Polymers*, **2023**, 15(5), 1194. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym15051194>
24. Jumadilov T. K., Imangazy A.M., Khimersen K., Haponiuk, J.T. Remote interaction effect of industrial ion exchangers on the electrochemical and sorption equilibrium in scandium sulfate solution. *Polym. Bull.*, **2023**. DOI: <https://doi.org/10.1007/s00289-023-04800-x>

OBTAINING POTASSIUM-CONTAINING FERTILIZERS FROM WASTES OF THE PHOSPHORUS INDUSTRY

R.M.Chernyakova¹, G.Sh.Sultanbayeva¹, R.A. Kaiynbayeva¹, U.Zh.Jussipbekov¹, K.D. Berzhanov¹, G.O. Bugubaeva²

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

²Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: sultanbaeva@mail.ru

Abstract: *Introduction.* The integrated use of mineral raw materials based on the processing of industrial waste is one of the most important tasks of modern technologies. In the phosphorus industry, such a problem is the disposal of toxic phosphorus-containing waste for fertilizers. *The purpose of this work* is to obtain potassium-containing fertilizers from phosphogypsum and cotrel "milk" filtrate. *Results and discussion.* Analysis of the results showed that from the technogenic waste of the phosphorus industry - filtrate of cotrel "milk" and gypsum using the acid method under ammoniation and drying conditions, it is possible to obtain fertilizers with a high potassium content, in which the sum of the nutritional components is represented by P, K and N. In terms of properties, the optimal fertilizers are products containing total P₂O₅ at the level of enriched superphosphate and simple superphosphate. *Conclusion.* The possibility of obtaining potassium-containing phosphorus fertilizers with a high content of K₂O (6.9%) from the filtrate of cotrel "milk" and phosphogypsum, in which practically P₂O₅ is in a water-soluble form (97.5-97 rel.%), has been shown. It has been established that during the complex processing of cotrel "milk" by the acid method under drying conditions to obtain potassium-containing phosphorus fertilizers, the sum of the nutritional components is P₂O₅+ K₂O+N 17.29-77.3%. Thus, from the filtrate of cotrel "milk" and phosphogypsum, potassium-containing phosphorus fertilizers were obtained containing total P₂O₅ at the level of simple and enriched superphosphate, the phosphate part of which is represented almost entirely by the citrate-digestible form of P₂O₅.

Keywords: cotrel "milk", phosphoric acid decomposition, potassium-containing phosphogypsum extract, calcium sulfate

<i>Raissa Michailovna Chernyakova</i>	<i>Doctor of Technical Sciences, Professor, e-mail: chernyakova1947@mail.ru</i>
<i>Gita Shamilyevna Sultanbayeva</i>	<i>Candidate of Technical Sciences, e-mail: sultanbaeva@mail.ru</i>
<i>Raushan Alibekovna Kaiynbayeva</i>	<i>Candidate of Technical Sciences, e-mail: raushan_1972@mail.ru</i>
<i>Umirzak Zhumasilovich Dzhusipbekov</i>	<i>Corresponding Member of the NAS RK, Professor, Doctor of Technical Sciences, e-mail: jussipbekov@mail.ru</i>
<i>Kete-Tolebi Dosymzhanovich Berzhanov</i>	<i>Engineer, e-mail: d_berzhanov@mail.ru</i>
<i>Gulnar Ospanakunovna Bugubaeva</i>	<i>Candidate of Chemical Sciences, e-mail: bugub@mail.ru</i>

Citation: R.M.Chernyakova, G.Sh.Sultanbayeva, R.A. Kaiynbayeva, U.Zh.Jussipbekov, K.D. Berzhanov, G.O. Bugubaeva. Obtaining potassium-containing fertilizers from wastes of the phosphorus industry. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 4(84), 51-62. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.39>

**ПОЛУЧЕНИЕ КАЛИЙСОДЕРЖАЩИХ УДОБРЕНИЙ ИЗ ОТХОДОВ
ФОСФОРНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ**

Р.М. Чернякова¹, Г.Ш. Султанбаева^{2}, Р.А. Кайынбаева¹, У.Ж. Джусипбеков¹,
К.Д. Бержанов¹, Г.О. Бугубаева²*

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

²Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан

*E-mail: sultanbaeva@mail.ru

Резюме: *Введение.* Комплексное использование минерального сырья на основе переработки промышленных отходов – одна из важнейших задач современных технологий. В фосфорной промышленности такой проблемой является утилизация токсичных фосфорсодержащих отходов на удобрения. *Целью данной работы* является получения калийсодержащих удобрений из фосфогипса и фильтрата котельного «молока». *Результаты и обсуждение.* Анализ полученных результатов показал, что из техногенного отхода фосфорной промышленности – фильтрата котельного «молока» и гипса кислотным методом в условиях аммонизации и сушки можно получать удобрения с высоким содержанием калия, в которых сумма питательных компонентов представлена Р, К и N. По свойствам оптимальными удобрениями являются продукты содержанием общего P₂O₅ на уровне обогащенного суперфосфата и простого суперфосфата. *Заключение.* Показана возможность получения калийсодержащих фосфорных удобрений с повышенным содержанием K₂O (6,9%) из фильтрата котельного «молока» и фосфогипса, в которых практически P₂O₅ находится в водорастворимой форме (97,5-97 отн.%). Установлено, что при комплексной переработке котельного «молока» кислотным методом в условиях сушки с получением калийсодержащих фосфорных удобрений сумма питательных компонентов составляет P₂O₅+ K₂O+N17,29-77,3%. Таким образом, из фильтрата котельного «молока» и фосфогипса получены калийсодержащие фосфорные удобрения с содержанием общего P₂O₅ на уровне простого и обогащенного суперфосфата, фосфатная часть которых представлена практически полностью цитратноусвояемой формой P₂O₅.

Ключевые слова: котельное «молоко», фосфорно-кислотное разложение, калийсодержащая вытяжка фосфогипса, сульфат кальция

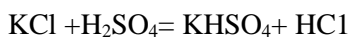
<i>Раиса Михайловна Чернякова</i>	<i>Доктор технических наук, профессор</i>
<i>Гита Шамильевна Султанбаева</i>	<i>Кандидат технических наук</i>
<i>Раушан Алибековна Кайынбаева</i>	<i>Кандидат технических наук</i>
<i>Умирзак Жумасилович Жусипбеков</i>	<i>Член-корр. НАН РК, профессор, доктор технических наук</i>
<i>Кете-Толеби Досымжанович Бержанов</i>	<i>Инженер</i>
<i>Гулнар Оспанақыновна Бугубаева</i>	<i>Кандидат химических наук</i>

1. Введение

Анализ тенденции применения минеральных удобрений в Казахстане показывает, что преимущественное положение по поставке и использованию занимают азотные и фосфорные удобрения [1-7]. Значительно реже применяются калийные удобрения. Последнее обстоятельство, в свою очередь, можно объяснить отсутствием в Казахстане заводов по производству калийных удобрений. Калий является ключевым элементом, регулирующим баланс воды в клетках растений. Он также участвует в синтезе ферментов, углеводов и белков, что делает его

незаменимым для нормального функционирования растений. Существуют способы получения сложных удобрений на основе азотно-кислотной, а также азотно-сернокислотной и азотно-фосфорнокислотной переработки фосфатного сырья с введением, в том числе, соли калия. Образующиеся в результате этих процессов удобрения (нитрофос(ки)) характеризуются различным фазовым составом, зависящим от способа получения [8]. При введении в такие системы карбамида получают сложные удобрения (карбонитрофоски) с повышенным содержанием азота и водорастворимых фосфатов [9]. Изучен фазовый состав и физико-механические свойства NP- и NPK-удобрений, полученных на основе аммофоса. Установлено, что для получения комплексных удобрений из аммофоса с уравновешенным составом, хорошими физико-механическими свойствами, предпочтительным является введение одного азотсодержащего компонента - аммонийной селитры или карбамида, а не их смеси. Комплексные NP- и NPK-удобрения на основе аммофоса представляют собой многокомпонентные системы, в состав которых входят кислые фосфаты аммония, калия, калия-аммония; сульфаты калия, калия-аммония; карбамид и его соединения с присутствующими солями; хлориды аммония и калия. Указанные вещества оказывают существенное влияние на физико-механические свойства конечного продукта и могут присутствовать в удобрениях в виде индивидуальных соединений и твердых растворов [10]. Основным калийным удобрением остается хлорид калия, Cl^- -ион которого отрицательно влияет на развитие многих культур. Наиболее подходящими калийными удобрениями, особенно для плодово-ягодных культур, являются K_2SO_4 и $\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{MgSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{SO}_4$ (калимагнезия), содержащие калий, магний и серу [9]. Однако существовавшее ранее производство K_2SO_4 на основе высокотемпературной (700-800 °C) конверсии KCl серной кислотой было достаточно опасным как в производственном, так и в экологическом аспектах.

«Жидкофазная» конверсия KCl позволяет осуществлять процесс при относительно низких температурах (60-200°C), но при этом получается кислая соль KHSO_4 , которая не может быть использована непосредственно в качестве удобрения [10]:



В работах [11] с целью получения комплексных бесхлоридных комплексных калийсодержащих удобрений предложены способы переработки полупродукта (KHSO_4) различными «нейтрализаторами». Предложен дефицитный преципитат (CaHPO_4). Кроме того, в большинстве работ практически нет данных об агрохимической эффективности.

В результате опытов по жидкофазной конверсии KCl раствором серной кислоты установлено, что нейтрализация образовавшегося полупродукта (KHSO_4) фосфоритом и карбонатной породой (или продуктами ее обжига)

позволяет получить комплексные РК- и КМg - удобрения. Показано, что путем изменения состава каустического магнезита или доломита (варьированием условий обжига), можно получить КМg-удобрение с регулируемой скоростью растворения [11].

При переработке фосфорсодержащих отходов, в частности котельного «молока» фосфорно-кислотным разложением в фильтрате образуется калийсодержащая вытяжка. Калийсодержащая вытяжка характеризуется повышенным содержанием калия (4.7%), а содержание P_2O_5 достигает 2.5%. Наличие P_2O_5 и K_2O позволяет вовлекать ее для получения сложнофосфорных удобрений из крупнотоннажного техногенного отхода – фосфогипса. Наличие в фосфогипсе P_2O_5 и K_2O позволяет вовлекать его для получения сложнофосфорных удобрений. Для получения удобрений использовали фосфогипс, основной фазой которого является сульфат кальция $CaSO_4$. Калийная вытяжка, также известная как экстракция калия, является одной из самых эффективных и широко используемых методов повышения содержания калия в почве [11].

Нами проводились работы по получению удобрений из фосфогипса (сульфата кальция и калийсодержащей вытяжки).

2. Экспериментальная часть

В работе использовали фильтрат котельного «молока»: 3.1% P_2O_5 ; 4.66% K_2O ; 0.03% CaO ; 0.01% MgO ; серную кислоту (34.5 - 92.8) %, марки «х.ч.»; фосфорную кислоту (18 – 52)% по P_2O_5 , марки «х.ч.» и азотную кислоту (10 – 35)%, марки «х.ч.».

Оценку удобрительных свойств полученных продуктов проводили по содержанию в них общего P_2O_5 , водо-, цитратно-, соляно-лимоннорастворимого P_2O_5 , а также усвояемого P_2O_5 .

Определение общего P_2O_5 проводили весовым методом осаждением фосфора раствором Вагнера и фотоколориметрическим методом на фотоколориметре КФК-3 в виде желтого фосфорнованадиево - молибденового комплекса [12, 13]. Содержание усвояемых форм P_2O_5 в растворе трилона Б, в воде, 0.4 % соляной кислоте, 2 % лимонной кислоте по методике [14], а содержание K_2O – определяли пламенно – фотометрическим методом на ПАЖ-1 (пламенном анализаторе жидкости) в пламени пропана. ИК-спектры снимали на двулучевом инфракрасном спектрофотометре Nicolet 5700 FT-IR в области 400-4000 cm^{-1} . Рентгенограммы снимали на дифрактометре ДРОН-3 с использованием $Cu K_{\alpha}$ -излучения, сила тока - 20mA, напряжение – 25 kV, 1000i, 2.5 сек. Содержание аммиачного азота определяли формальдегидным методом [15].

Получение удобрений из сульфата кальция и калийсодержащей вытяжки осуществляли следующим образом. Сульфата кальция в количестве 10г смешивали с калийсодержащей вытяжкой из расчета на получение готового продукта с содержанием 9-10.5% K_2O , смесь аммонизировали до pH 3.5-4.0 и сушили при 100°C до постоянного веса.

3. Результаты и обсуждение

Полученные удобрения имеют высокое содержание K_2O (таблица 1, опыты № 1, 2). Анализ полученного продукта (опыт № 1, таблица 1) показал, что в готовом удобрении достигается достаточно высокое содержание общего P_2O_5 (11.9%), которая только частично представлена в усвояемой в трилоне Б форме ($K_{уcв.тр.Б} = 23.5отн.%$). По-видимому при сушке находящиеся в фильтрате котрельного «молока» компоненты взаимодействуют между собой. Образующиеся новые продукты, а также растворимые полифосфатные соединения, прежде всего полифосфаты калия, присутствующие в фильтрате котрельного «молока», в процессе сушки кристаллизуются, вследствие чего в готовом продукте отсутствуют водорастворимые формы P_2O_5 .

Добавка серной кислоты (64%) или азотной кислоты (40%) в смесь из сульфата кальция и калийсодержащей вытяжки разубоживает продукт по содержанию общего P_2O_5 в 3.2 раза, что делает экономически нецелесообразным процесс получения удобрений (опыты № 2, 3 и 4).

Более концентрированными по содержанию P_2O_5 получены удобрения при добавке фосфорной кислоты к смеси сульфата кальция с калийсодержащей вытяжкой. С целью вовлечения в процесс экстракционной фосфорной кислоты в опытах использовали фосфорную кислоту низкой концентрации (18% по P_2O_5). Получены удобрения с содержанием общего P_2O_5 на уровне обогащенного (опыты № 5 и 6, $P_2O_5=37.9-33.7%$) и простого (опыт № 7, $P_2O_5=16.3%$) суперфосфата (таблица 1).

Как видно из таблицы 1, удобрения типа обогащенного суперфосфата (37.9-33.7% P_2O_5) характеризуются высоким содержанием усвояемых фосфатов в воде ($K_{уcв. в.} = 93.2-96.3отн.%$), трилоне Б ($K_{уcв.тр.Б} = 96.6-98.8отн.%$) и 2% лимонной кислоте ($K_{уcв.} = 87.5-94.5отн.%$), а также азота (9-11%) и повышенным содержанием K_2O (4-6%). При этом уменьшение расхода фосфорной кислоты в 1.5 раза (опыт № 6) повышает содержание K_2O в 1.6 раза.

Разложением смеси гипса с фильтратом котрельного «молока» расчетным количеством фосфорной кислоты с последующей аммонизацией кислой пульпы до pH 3.5-4.0 и ее сушкой при 100-115°C получено удобрение содержанием общего P_2O_5 на уровне простого суперфосфата (16.3%, опыт № 7). В полученном удобрении P_2O_5 находится практически вся в цитратноусвояемой форме ($K_{тр.Б} = 97.6отн.%$), на 58.3отн.% в лимоннорастворимой и на 38.0отн.% в водорастворимой формах.

Дальнейшие опыты были связаны с увеличением содержания в удобрениях водорастворимой P_2O_5 . В смесь гипса с фильтратом котрельного «молока», взятых в тех же соотношениях, что и в опыте № 7, добавили 40%-ную азотную кислоту. В результате получено удобрение, в котором содержание водорастворимой P_2O_5 возросло в 2.4 раза ($K_{вод.} = 91.1отн.%$), а

лимоннорастворимой увеличилось на 21.5отн.% ($K_{\text{лим.р.}}=79.84$ отн.). Однако содержание общего P_2O_5 уменьшилось с 16.3% до 12.4%.

Таблица 1 – Свойства полученных продуктов

№	Соотношение исходных компонентов	Соотнош-е N:P ₂ O ₅ :K ₂ O в продукте	P ₂ O ₅ бщ, %	K _{усл.} ,отн.%			K ₂ O,%		N _{амм} , %
				в воде	в трилоне Б	лим. раст.	Опре д.	Рас ч.	
1	CaSO ₄ :фильтр.КМ=1:1.9	4:12:9	11.9	отс	2.8	отс	8.8	10	4.0
2	CaSO ₄ :фильтр.КМ:H ₂ SO ₄ =1:3.6:1	6.7:3.7:8	3.7	2.2	3.7	2.8	7.9	9.0	6.7
3	CaSO ₄ :фильтр.КМ:H ₂ SO ₄ :HNO ₃ =1:6.6:1.1:0.4	7.4:3.9:3.4	3.9	отс	отс	отс	3.4	10.0	7.4
4	CaSO ₄ :фильтр.КМ:H ₂ SO ₄ :HNO ₃ =3:11.4:3.3:1.2	7.9:3.6:6.9	3.6	2.5	3.1	1.7	6.9	6.8	7.9
5	CaSO ₄ : фильт. КМ: H ₃ PO ₄ =1:3.6:9.7	11.3:38:4	37.9	36.5	36.6	35.8	3.8	5.7	11.3
6	CaSO ₄ : фильт. КМ: H ₃ PO ₄ =1:3.6:6.5	9:34: 6.0	33.7	31.4	33.3	29.5	6.0	7.3	9.2
7	CaSO ₄ : фильт. КМ: H ₃ PO ₄ =1:5.2:1	3.1:16.3:8.5	16.3	6.2	15.9	9.5	8.5	10.2	3.1
8	CaSO ₄ :фильт.КМ:H ₃ PO ₄ :HNO ₃ (40%)=3:3.2:1.1:0.4	6.6:12.4: 9.6	12.4	11.3	11.4	9.9	9.6	10.0	6.6
9	CaSO ₄ :фильт.КМ:H ₃ PO ₄ :HNO ₃ (40%)=1:3.8:0.5:0.4	7.5: 9.1: 8.4	9.1	1.9	2.65	1.1	8.4	11.5	7.5
10	CaSO ₄ :фильт.КМ:H ₃ PO ₄ :HNO ₃ (23%)=1:3.8:0.5:0.4	4.1: 10.0: 9.5	10.0	3.2	8.8	3.4	9.5	13.0	4.1

Уменьшение нормы фильтрата котельного «молока» заметно снижает содержание не только общего P_2O_5 , но и всех форм усвояемых фосфатов (опыт № 9).

В опыте № 10 уменьшили концентрацию азотной кислоты, то есть практически снизили норму вводимой азотной кислоты. В результате содержание общего P_2O_5 повысилось на 1.3%, увеличилось количество водорастворимых фосфатных форм на 9.9отн.%, цитратноусвояемой P_2O_5 на 55.5отн.% и P_2O_5 , растворимой в 2% лимонной кислоте на 20.6отн.% по сравнению с продуктом, полученным в опыте № 9.

Что же касается содержания K_2O в продуктах, то при сернокислотном разложении смеси $CaSO_4$ с большой нормой фильтрата котельного «молока» и с добавкой азотной кислоты (опыт № 3) его определяемое содержание (3,4%) в 2.3 раза ниже по сравнению с расчетным количеством (10%). Уменьшение расхода фильтрата КМ на единицу сырья в 2 раза, то есть с 6.6 мас.ч. до 3.8 мас.ч.(опыт № 4), приводит к соответствию определенного содержания K_2O с расчетным.

Таблица 2 – Свойства продуктов, полученных в системах « $CaSO_4-H_2SO_4(H_3PO_4)$ – калийсодержащая вытяжка - NH_3 » и « $CaSO_4-H_2SO_4(H_3PO_4)$ – калийсодержащая вытяжка HNO_3-NH_3 »

№	Соотношение исходных компонентов	Соотноше-е N:P ₂ O ₅ :K ₂ O в продукте	P ₂ O ₅ об ш., %	K _{ув.} ,отн.%			K ₂ O,%		N _{амм.} , %
				в воде	в трилоне Б	лим. раст .	Опре д.	Расч .	
1	CaSO ₄ : фильтрат КМ: H ₃ PO ₄ =1:3.6:9.7	11.3:38:4	37.9	96.3	96.6	94.5	3.8	5.7	11.3
2	CaSO ₄ : фильтрат КМ: H ₃ PO ₄ =1:3.6:6.5	9.2: 33.7: 6.0	33.7	93.2	98.8	87.5	6.0	7.3	9.2
3	CaSO ₄ : фильтрат КМ: H ₃ PO ₄ =1:5.2:1	3.1: 16.3:10	16.3	38.0	97.6	58.3	8.5	10.0	3.1
4	CaSO ₄ : фильтрат КМ:H ₃ PO ₄ : HNO ₃ (40%)= 3:3.2:1.1:0.4	6.6: 12.4: 9.6	12.4	91.1	91.9	79.8	9.6	10.0	6.6
5	CaSO ₄ : фильтрат КМ:H ₃ PO ₄ : HNO ₃ (40%)=1:3.8:0.5: 0.4	7.5:9.1: 8.4	9.1	20.9	29.1	12.1	8.4	11.5	7.5
6	CaSO ₄ : фильтрат КМ:H ₃ PO ₄ : HNO ₃ (23%) =1:3.8:0.5:0.4	4.1:10.4:9.5	10.4	30.8	84.6	32.7	9.5	13.0	4.1

При разложении сырья фосфорной кислотой H_3PO_4 при всех соотношениях исходных компонентов расхождение между определенным и расчетным содержанием K_2O в удобрениях небольшое и можно сказать, что оно лежит в пределах допустимой ошибки (опыты № 1-3 таблица 2).

Уменьшение расхода фильтрата котельного «молока» и фосфорной кислоты (опыт № 4 таблица 2) при той же норме азотной кислоты, что и в опытах № 5, 6, также сглаживает разницу в определяемом и расчетном содержании K_2O . Возможно, что добавка азотной кислоты в ряде случаев может создавать в системе условия для образования малорастворимых полифосфатов калия.

Анализ полученных результатов показал, что из техногенного отхода фосфорной промышленности – фильтрата котельного «молока» и гипса кислотным методом в условиях аммонизации и сушки можно получать удобрения с высоким содержанием калия, в которых сумма питательных компонентов представлена Р, К и N. По свойствам оптимальными удобрениями являются продукты содержанием общего P_2O_5 на уровне обогащенного суперфосфата (опыт № 1 таблица 2) и простого суперфосфата (опыт № 3 таблица 2).

ИК-спектрскопический анализ полученных продуктов показал, что основными фазами являются дигидрофосфаты калия и аммония с соответствующими им частотами $2418; 1693.7; 1286.7 \text{ см}^{-1}$ и сульфат кальция, которому в ИК-спектре принадлежат частоты $3240.1; 1127.1; 674.3 \text{ см}^{-1}$ (рисунок 1).

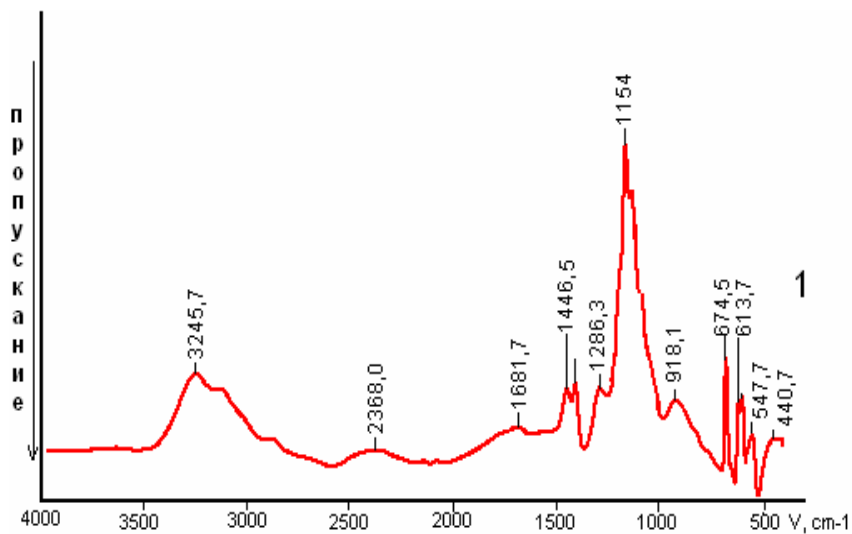


Рисунок 1 - ИК-спектры удобрений, полученных из фильтрата котельного «молока» и фосфогипса

Рентгенофазовый анализ подтвердил данные ИК-спектров. На штрихдиаграммах дигидрофосфату калия соответствуют дифракционные максимумы $5.304; 3.059; 2.649$; дигидрофосфату аммония $3.751; 2.370; 2.002$ Å, и сульфату кальция – $3.863; 3.517; 3.124; 2.855; 2.324$ Å (рисунок 2).

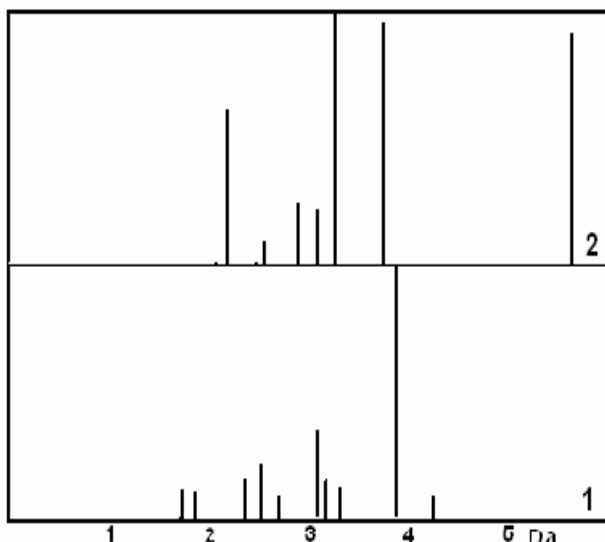


Рисунок 2 – Штрихдиаграмма удобрений полученных из фильтрата КМ и фосфогипса (1) и с добавкой фосфорной кислоты (2)

4. Заключение

В результате работы показана возможность получения калийсодержащих фосфорных удобрений с повышенным содержанием K_2O (6.9%) из фильтрата котрельного «молока» и фосфогипса, в которых P_2O_5 находится в практически водорастворимой форме (97.5-97.0 отн.%). Установлено, что при комплексной переработке котрельного «молока» кислотным методом в условиях сушки с получением калийсодержащих фосфорных удобрений сумма питательных компонентов составляет $P_2O_5+K_2O+N$ 17.29-77.3%.

Таким образом, из фильтрата котрельного «молока» и фосфогипса получены калийсодержащие фосфорные удобрения с содержанием общего P_2O_5 на уровне простого и обогащенного суперфосфата. Фосфатная часть удобрений представлена практически полностью цитратноусвояемой формой P_2O_5 .

Финансирование. Данная работа выполнена по программе РК №BR21882220 «Синтез и создание технологий удобрений, композиций, препаратов и материалов многофункционального действия для применения на пустынных и деградированных землях» в рамках программно-целевого финансирования научных исследований на 2023–2025 годы, осуществляемого Комитетом науки Министерства образования и науки.

Конфликт интересов: Конфликт интересов между авторами отсутствует

ФОСФОР ӨНЕРКӘСІБІНІҢ ҚАЛДЫҚТАРЫНАН КАЛИЙ ҚҰРАМЫНДА ТЫҢАЙТҚЫШТАР АЛУ

Р.М. Чернякова¹, Г.Ш. Сұлтанбаева^{*1}, Р.Ә. Қайынбаева¹, Ө.Ж. Жүсіпбеков¹, К.Д. Бержанов¹, Г.О. Бұзубаева²

¹Ө.Б. Бектұров атындағы Химия ғылымдары институты» АҚ, Алматы, Қазақстан

²Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан

*E-mail: sultanbaeva@mail.ru

Түйіндеме. *Kіріспе.* Өндіріс қалдықтарын өңдеу негізінде минералды шикізатты кешенді пайдалану қазіргі заманғы технологиялардың маңызды міндеттерінің бірі болып табылады. Фосфор өнеркәсібінде мұндай мәселелер болып фосфорқұрамындыулы қалдықтарды тыңайтқыштарға залалсыздандыру болып табылады. Бұл жұмыстың мақсаты фосфогипс пен котрел «сүті» фильтратынан калийқұрамынды тыңайтқыштар алу. *Нәтижелер мен пікірталас.* Алынған нәтижелерді талдау фосфор өнеркәсібінің техногендік қалдықтарынан – котрел «сүтінің» фильтратынан және гипстен қышқылдық әдісті қолданып аммонизациялау және кептіру жағдайында құрамында калий мөлшері жоғары тыңайтқыштарды алуға болатынын көрсетті, оның ішінде қоректік компоненттер сомасы Р, К және N арқылы ұсынылған. Қасиеттері бойынша оңтайлы тыңайтқыштар байытылған суперфосфат пен қарапайым суперфосфат деңгейінде жалпы Р₂O₅ бар өнімдер болып табылады. *Қорытынды.* Р₂O₅ іс жүзінде суда еритін күйде болатын (97.5-97.0 сал.%) котрел «сүтінің» фильтратынан және фосфогипсінен құрамында К₂O жоғары (6.9%) құрамында калий бар фосфор тыңайтқыштарын алу мүмкіндігі көрсетілді. Құрамында калий бар фосфор тыңайтқыштарын алу үшін кептіру жағдайында котрел «сүтін» қышқылдық әдіспен кешенді өңдеу кезінде қоректік компоненттердің қосындысы Р₂O₅+ К₂O+N 17.29-77.3% құрайтыны анықталды. Осылайша, котрел «сүт» және фосфогипс фильтратынан қарапайым және байытылған суперфосфат деңгейінде жалпы Р₂O₅ бар калий бар фосфор тыңайтқыштары алынды, оның фосфатты бөлігі толығымен дерлік Р₂O₅ цитратты сіңімді түрімен ұсынылған.

Түйін сөздер: котрель «сүті», фосфор қышқылдың ыдырауы, құрамында калий бар фосфогипс сығындысы, кальций сульфаты.

<i>Раиса Михайловна Чернякова</i>	<i>Техника ғылымдарының докторы, профессор</i>
<i>Гита Шамилқызы Сұлтанбаева</i>	<i>Техника ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Раушан Әлібекқызы Қайынбаева</i>	<i>Техника ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Өмірзақ Жұмасылұлы Жүсіпбеков</i>	<i>ҚР ҰҒА корреспондент мүшесі, профессор, техника ғылымдарының докторы</i>
<i>Кете-Толеби Досымжанұлы Бержанов</i>	<i>Инженер</i>
<i>Гүлнар Оспанақынқызы Бұзубаева</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>

Список литературы:

1. Елешев Р.Е. Состояние плодородия почв Казахстана и стратегия применения минеральных удобрений // Почвоведение и агрохимия. **2015.** №3. С. 138-148. <https://journal.soil.kz/jour/article/view/472>
2. Семенова Е.А., Афанасьев Р.А. Эффективность применения удобрений подяровую пшеницу в условиях уральского региона //Общие вопросы агрохимии. **2018.** С.2-8. <https://cyberleninka.ru/article/n/effektivnost-primeneniya-udobreniy-pod-yarovuyu-pshenitsu-v-usloviyah-uralskogo-regiona>
3. Проберж Э.С. Оптимизация питательного режима сельскохозяйственных растений на южных черноземах Северного Казахстана. **2002.** Дисс. Докт. с.-хоз.наук. [Optimization of the nutritional regime of agricultural plants on the southern chernozems of Northern Kazakhstan Dr. agr. sci. diss.]. 296 с. <https://www.dissercat.com/content/optimizatsiya-pitatelnogo-rezhima>

selskokhozyaistvennykh-rastenii-na-yuzhnykh-chernozemakh-s

4. Сапаров А. С., Елешев Р. Е., Мамышов М. М., Сулейменов Б. У., Отаров А. Испытание эффективности калийных удобрений зао «белорусская калийная компания» под хлопчатник, картофель и рис в условиях орошаемой зоны юга и юго-востока казахстана// Почвоведение и агрохимия. **2010**. №1. с.62-69. <https://journal.soil.kz/jour/article/view/185/177>
5. Сулейменов Б.У., Сапаров А. С., Танибергенов С. Состояние и перспективы использования орошаемых сероземов южного Казахстана. Алматы. **2013**. №1.С. 19-27. <https://journal.soil.kz/jour/article/view/336/328>
6. Сапаров А.С. Плодородие почвы и продуктивность культур. Алматы. **2006**. 244 с. <https://cyberleninka.ru/article/n/plodorodie-pochvy-i-produktivnost-selskokhozyaistvennykh-kultur-v-zavisimosti-ot-osnovnoy-obrabotki-i-sevooborota>
7. Кененбаев С., Рамазанова С.Б., Гусев В., Есенбаева Г. Применение минеральных удобрений в сельском хозяйстве южных регионов Казахстана // Земледелие, агрохимия, кормопроизводство, агроэкология №2,98. DOI:<https://doi.org/10.37884/2-2023/11>с. 111-121. <https://journal.kaznaru.edu.kz/index.php/research/article/view/311>
8. Эвенчик, С. А. Технология фосфорных и комплексных удобрений / под ред. С. А. Эвенчик-ка, А. А. Бродского. - М.: Химия, **1987**. - 464 с. https://www.studmed.ru/evenchik-s-d-brodskiy-a-a-red-tehnologiya-fosfornyh-i-kompleksnyh-udobreniy_821284e10db.html
9. О. Б. Дормешкин, Н. И. Воробьев, Г. Х. Черчес, А. Н. Гаврилук, Влияние азотсодержащих компонентов на фазовый состав и физико-механические свойства пр- и прк-удобрений// Химия и технология неорганических материалов и веществ. ISSN 1683-0377. Труды БГТУ. **2011**. № 3. С. 137-140. <https://core.ac.uk/download/pdf/143995595.pdf>
10. О. Д. Кашкаров, И.Д. Соколов. Технология калийных удобрений. Химия, Ленинград, **1978**. 246 с. https://korobkknig.ru/nauka_i_tehnika/himia/tehnologiya-kaliynykh-udobreniy-65098.html
11. В.А. Хуснутдинов, Т.Г. Ахметов, В.А.Грабовенко, В.В. Шестаков, Ю.В. Букша, В.И. Тимофеев, Р.Х.Хузиахметов.Технология бесхлоридных комплексных РК- и КМg -удобрений и оценка их агрохимической эффективности. Хим. пром., 10, 87-90(**1991**).<https://cyberleninka.ru/article/n/tehnologiya-beshloridnyh-kompleksnyh-rk-i-kmg-udobreniy-i-otsenka-ih-agrohimicheskoy-effektivnosti>
12. Ротанова В.А., Власова А.А., Торопова А.И., Макарова К.С., Кокарева М.Е. Калийные удобрения: особенности применения // Современные научные исследования и инновации. **2019**. № 7 [Электронный ресурс]. URL: <https://web.snauka.ru/issues/2019/07/89901> (дата обращения: 21.10.2023).
13. М.Е. Позин. Технология минеральных удобрений. М., **1965**, 142. <http://ilmiy.bmti.uz/blib/files/126/M.%20Позин%20-%20Технология%20минеральных%20удобрений.pdf>
14. Физика апатита //Под ред. акад. Соболева В.С. - М.: «Наука». **1975**. 112 с.<https://www.geokniga.org/bookfiles/geokniga-fizika-apatita-issledovanie-apatita-metodami-spektroskopii.pdf>
15. Муравьев А.Г. Руководство по определению показателей качества воды полевыми методами / А.Г. Муравьев. – СПб.: Крисмас, 2004. – 248 с.https://christmas-plus.ru/images/stories/pdf/kniga_water.pdf

References

1. Eleshev R.E. The state of soil fertility in Kazakhstan and the strategy for using mineral fertilizers // Soil Science and Agrochemistry. **2015**. No. 3. p. 138-148. <https://journal.soil.kz/jour/article/view/472>
2. Semenova E.A., Afanasyev R.A. Efficiency of using fertilizers for spring wheat in the conditions of the Ural region // General issues of agrochemistry. **2018**. p.2-8. <https://cyberleninka.ru/article/n/effektivnost-primeneniya-udobreniy-pod-yarovuyu-pshenitsu-v-usloviyah-uralskogo-regiona>
3. Proberg E.S. Optimization of the nutritional regime of agricultural plants on the southern chernozems of Northern Kazakhstan. **2002**. Diss. Dr. Agricultural Sciences [Optimization of the nutritional regime of agricultural plants on the southern chernozems of Northern Kazakhstan Dr. agr. sci. diss.]. 296 pp. <https://www.dissercat.com/content/optimizatsiya-pitatelnogo-rezhima-selskokhozyaistvennykh-rastenii-na-yuzhnykh-chernozemakh-s>

4. Saparov A. S., Eleshev R. E., Mamyshev M. M., Suleimenov B. U., Otarov A. Testing the effectiveness of potassium fertilizers of the Belarusian Potash Company JSC for cotton, potatoes and rice in the irrigated zone of the south and southeast of Kazakhstan // Soil science and agrochemistry. **2010**. No. 1. p.62-69. <https://journal.soil.kz/jour/article/view/185/177>
5. Suleimenov B.U., Saparov A.S., Tanibergenov S. State and prospects for the use of irrigated gray soils in southern Kazakhstan. Almaty. **2013**. №1. p. 19-27. <https://journal.soil.kz/jour/article/view/336/328>
6. Saparov A.S. Soil fertility and crop productivity. Almaty. 2006. 244 p. <https://cyberleninka.ru/article/n/plodorodie-pochvy-i-produktivnost-selskohozyaystvennyh-kultur-v-zavisimosti-ot-osnovnoy-obrabotki-i-sevooborota>
7. Kenenbaev S., Ramazanova S.B., Gusev V., Yesenbaeva G. Application of mineral fertilizers in agriculture of the southern regions of Kazakhstan // Agriculture, agrochemistry, feed production, agroecology No. 2, p. 98. <https://journal.kaznaru.edu.kz/index.php/research/article/view/311>
8. Evenchik, S. A. Technology of phosphorus and complex fertilizers / ed. S. A. Evenchik, A. A. Brodsky. - M.: Chemistry, **1987**. - 464 p. https://www.studmed.ru/evenchik-s-d-brodskiy-a-a-red-tehnologiya-fosfornyh-i-kompleksnyh-udobreniy_821284e10db.html
9. O. B. Dormeshkin, N. I. Vorobyov, G. Kh. Cherches, A. N. Gavriyuk, The influence of nitrogen-containing components on the phase composition and physical and mechanical properties of np- and npk-fertilizers // Chemistry and technology of inorganic materials and substances. ISSN 1683-0377. Proceedings of BSTU. **2011**. No. 3. p. 137-140. <https://core.ac.uk/download/pdf/143995595.pdf>
10. O. D. Kashkarov, I. D. Sokolov. Technology of potash fertilizers. Chemistry, Leningrad, 1978. 246 p. https://korobkknig.ru/nauka_i_tehnika1/himia/tehnologiya-kaliynykh-udobreniy-65098.html
11. V.A. Khusnutdinov, T.G. Akhmetov, V.A. Grabovenko, V.V. Shestakov, Yu.V. Buksha, V.I. Timofeev, R.H. Khuziakhmetov, Khim. Prom., **10**, 24-26(**1991**). <https://cyberleninka.ru/article/n/tehnologiya-beshloridnyh-kompleksnyh-rk-i-kmg-udobreniy-i-otsenka-ih-agrohimicheskoy-effektivnosti>
12. Rotanova V.A., Vlasova A.A., Toropova A.I., Makarova K.S., Kokareva M.E. Potassium fertilizers: application features // Modern scientific research and innovation. **2019**. No. 7 [Electronic resource]. <https://web.snauka.ru/issues/2019/07/89901> (дата обращения: 21.10.2023).
13. M.E. Posin. Technology of mineral fertilizers. M., **1965**, 142. <http://ilmiy.bmti.uz/blib/files/126/M.%20Позин%20-%20Технология%20минеральных%20удобрений.pdf>
14. Physics of apatite //Ed. acad. Soboleva V.S. - M.: "Science". - **1975**.- 112 p. <https://www.geokniga.org/bookfiles/geokniga-fizika-apatita-issledovanie-apatita-metodami-spektroskopii.pdf>
15. Muravv A.G. Guidelines for Determining Water Quality Indicators field methods / A.G. Ant St. Petersburg: Christmas, **2004**. 248 p. https://christmas-plus.ru/images/stories/pdf/kniga_water.pdf

AMMONIUM-SALT METHODS ARE THE BASIS FOR BUILDING EFFECTIVE NEW TECHNOLOGIES IN CHEMICAL AND METALLURGY INDUSTRIES

K.J.Zhumashev¹, A. Narembekova¹, A.K.Serikbayeva^{2*}, A.Sh. Akkenzheeva²,
A.Ch. Busurmanova², A.A. Mauleshev³

¹SSE "Chemical and Metallurgical Institute named after Zh.Abishev", Karaganda, Kazakhstan

²NP JSC "Caspian University of Technologies and Engineering named after Sh. Yessenov",
Aktau, Kazakhstan

³JSC "KazAzot" Aktau, Kazakhstan

*E-mail: akmaral.serikbayeva@yu.edu.kz

Abstract. *Introduction.* The article contains new data, which is a continuation of the research for the development of scientific theoretical applied directions, which appeared in previous publications related to the field of chemical technologies and metallurgy. Previous studies have used ammonium salts as reagents for the production of synthetic sodium carbonate and fluorides, but this publication shows the possibilities of using them for the development of non-ferrous metallurgy. The purpose of the work is to show the importance of the anionic hydrogen atom contained in ammonium bisulfate (ABS) in entering the compound. Thermodynamic, thermal, reenggenphase analysis and mathematical programs were used in the research methods. Physical and chemical changes in reaction mixtures, some synthesized salts when heated using the system derrivatograph Q-1000/D of the company" mom " F.Paylik, J. Paylik, L. Erdey and LabSys Evo were studied using special standardized factory structures such as TG-DTA/DSC (Setaram, France). The probability of some reactions occurring or not occurring was thermodynamically evaluated using the HCs-5.1 Chemistry (Outokumpu) "Astra-4" software package (complex). In the results of the study, the method of processing raw materials of non-ferrous metals is presented in the form of a basic technological scheme. The possibility of formation of intermediate complex Tutton salts during production of the final product and reactions leading to their decomposition has been shown by thermodynamic studies. It is shown that the decomposition of such ammonium nickel sulfate salt releases ammonia into the melt of crystalline metal sulfate and ammonium bisulfate at about 235-260°C, where the pyrolysis of ammonium sulfate begins. It was observed that the by-products of (NH₄)₂Ni(SO₄)₂ nickel ammonium Tutton's salt heated in the ABS melt up to 300-350°C are nickel sulfate and ABS melt, and ammonia also reacts upon re-cooling. It was experimentally determined that this "heating-cooling" process changes the color of ABS melt from lemon yellow to white. During the repetition of the process, it was found that this phenomenon is repeated until the excess melt is exhausted. This phenomenon is explained by the formation of nickel acid salt between nickel sulfate and ABS melt, which no one has studied before. It was concluded that this phenomenon should be common to ABS melt with sulfate of other metals.

Key words: ammonium salts, nickel sulfate, melt, Tutton salts, chemical industry, non-ferrous metallurgy

Citation: Zhumashev K.J., Narembekova A., Serikbayeva A.K., Akkenzheeva A.Sh., Busurmanova A.Ch., Mauleshev A.A. Ammonium-salt methods are the basis for building effective new technologies in chemical and metallurgy industries. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 4(84), 63-73. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.40>

<i>Zhumashev Kalkaman Zhumashevich</i>	Doctor of Technical Sciences, e-mail: innovaciya_zh@mail.ru
<i>Narembekova Aitbala</i>	Candidate of Technical Sciences, e-mail: innovaciya_zh@mail.ru
<i>Serikbayeva Akmaral Kabylbekovna</i>	Candidate of Technical Sciences, Professor, e-mail: akmaral.serikbayeva@yu.edu.kz
<i>Akkenzheeva Anar Zhanbaevna</i>	Candidate of Technical Sciences, e-mail: anar.akkenzheeva@yu.edu.kz
<i>Busurmanova Akkenzhe Chancharovna</i>	Candidate of Chemical Sciences, e-mail: akkenzhe.busurmanova@yu.edu.kz
<i>Mauleshev Arman Akhmetzhanovich</i>	Master, e-mail: kazazot@kazazot.kz

АММОНИЙ-ТҮЗДЫ ӘДІСТЕР ХИМИЯ ЖӘНЕ МЕТАЛЛУРГИЯ ӨНДІРІСТЕРІ САЛАЛАРЫНДА ТИІМДІ ЖАҢА ТЕХНОЛОГИЯЛАР ҚҰРУҒА НЕГІЗ

К.Ж. Жұмашев,¹ А. Нарембекова,¹ А.К. Серикбаева,^{2} А.Ш. Аккензеева,² А.Ч. Бусурманова,² А.А. Маулишев³*

¹«Ж. Әбішев атындағы Химия-металлургия институты», Қарағанды, Қазақстан

²«Ш. Есенов атындағы Каспий технологиялар және инжиниринг университеті», Ақтау, Қазақстан

³«ҚазАзот» АҚ, Ақтау, Қазақстан

*E-mail: akmaral.serikbayeva@yu.edu.kz

Түйіндеме. Мақалада химиялық технологиялар мен металлургия саласына қатысты бұрынғы басылымдарда шыққан ғылыми теориялық қолданбалы бағыттарды дамытуға арналған зерттеулердің жалғасы болып табылатын жаңа деректер келтірілген. Алдыңғы зерттеулер аммоний тұздарын синтетикалық натрий карбонатын және фторидтер алу үрдістеріне реагент ретінде пайдаланылған болса, бұл жариялымда түсті металлургия саласын дамытуға қолдану мүмкіндіктері көрсетілген. Жұмыстың мақсаты аммоний бисульфаты (АБС) құрамындағы аниондық сүтек атомының қосылысқа түсудегі маңыздылығы көрсету. Зерттеу әдістерінде термодинамикалық, термиялық, рентгенфазалық талдау және математикалық бағдарламалар қолданылды. Реакциялық қоспалардың, кейбір синтезделген тұздардың қыздырған кездегі физикалық және химиялық өзгерістері «МOM» фирмасының дериватограф Q-1000/D системы F.Paylik, J. Paylik, L. Erdey және LabSys Evo TG-DTA/DSC (Setaram, Франция) сияқты арнайы стандартталған зауыттық құрылымдардың көмегімен зерттелді. Кейбір реакциялардың жүру не жүрмеу ықтималдылығын HCS-5.1 Chemistry (Outokumpu) «Астра-4» бағдарламалық топтама (комплекс) көмегімен термодинамикалық бағаланды. Зерттеу нәтижелерінде түсті металдар шикізатын өңдеудің әдісі басты принциптік технологиялық сызба түрінде келтірілген. Соңғы өнім алу кезінде аралық күрделі Туттон тұздары түзіле және олардың ыдырауы арқылы жүретін реакциялар болуы ықтималдылығы термодинамикалық зерттеулер арқылы көрсетілген. Осындай аммоний никелді сульфат тұзының ыдырауы, аммоний сульфаты пиролизі басталатын 235–260°C шамасында, кристалды металл сульфаты мен аммоний бисульфаты балқымасына аммиак бөле жүретіні көрсетілген. 300 – 350°C аралығына дейін АБС балқымасында қыздырылған (NH₄)₂Ni(SO₄)₂ никелді аммоний Туттон тұзының қонбалы өнімдері – никель сульфаты мен АБС балқымасы, қайта суыған кезде де аммиак бөле реакцияға түсетіні байқалған. Бұл «қыздыру-суыту» үрдісі АБС балқымасының лимонды сары түсінен ақ түске ауысу жүретіні тәжірибе жүзінде анықталды. Үрдісті қайталау кезінде артық балқымасы таусылғанша бұл құбылыстың да қайталанылатыны анықталды. Бұл құбылыс бұрын зерттемеген, ол АБС балқымасы арасында никелді қышқыл тұзы никель сульфаты түзілуімен түсіндіріледі. Бұл құбылыс басқа да металдар сульфатымен АБС балқымасына ортақ болуға тиісті деген тұжырым жасалған.

Түйінді сөздер: аммоний тұздары, никель сульфаты, балқыма, Туттон тұздары, химия өндірісі, түсті металлургия.

<i>Жұмашев Қалқаман Жұмашевич</i>	<i>химия ғылымдарының докторы</i>
<i>Нарембекова Айтбала</i>	<i>техника ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Серікбаева Ақмарал Қабылбековна</i>	<i>техника ғылымдарының кандидаты, профессор</i>
<i>Аккенжеева Анар Шнабаевна</i>	<i>техника ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Бусурманова Аккенже Чанчаровна</i>	<i>химия ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Маулешев Арман Ахметжанович</i>	<i>магистр</i>

1. Кіріспе

Аммоний сульфаты концентрацияланған күкірт қышқылы мен аммиак ерітіндісінің өзара әрекеттесуі арқылы не өндіріс қалдықтарынан да алынады [1, 2]. Аммоний сульфаты негізіндегі түйіршікті тыңайтқыштарды өндіруде алынған түйіршікті материалдың морфологиялық қасиеттерін анықтайтын булану және жаппай кристалдану процестері маңызды орын алады [3]. Қазірде кешенді тыңайтқыштар алу маңызды, олар тыңайтқыштың тиімділігін арттырады [4].

Мақалада химиялық технологиялар мен металлургия саласына қатысты ғылыми теориялық қолданбалы бағыттарды дамытуға арналған жаңа деректер келтірілген.

Бұрынғы еңбектерде балқыған аммоний бисульфатын (АБС) әртүрлі технологиялық процестерде пайдалану мүмкіндігі көрсетілген болатын [5, 6].

АБС балқымасын күкірт қышқылынсыз фторидтер алудың жаңа мүмкіндігі ретінде ұсынылған [7]. Аммоний бисульфаты балқыған кезде қышқыл анионының құрамындағы белсенді сутегі атомы металл тотықтарымен, халькогенидтер және галогенидтерімен газ түріндегі қосылыстар түзеді.

Бұл, аммоний тұзды технологиялық бағыты металлургия саласында да экологиялық таза, әрі экономикалық тиімді технологиялық үрдістер құруға кеңінен бейімделген ғылыми теориялық және қолданбалы зерттеулерге негіз болады.

Жұмыстың мақсаты аммоний бисульфаты (АБС) құрамындағы аниондық сутек атомының қосылысқа түсудегі маңыздылығы көрсету.

2. Тәжірибелік бөлім

Реакциялық қоспаларды әрекеттестіру және өзгерістерді тікелей көзбен көре зерттеу үшін тәжірибелік жұмыстар зертханалық шахталы электрлі пеште жүргізілді. Пештегі қажетті қызуды тұрақты ұстау белгілі «қызу реттегіш» хромель-алюмелді құрылғы көмегімен 380 °С-ге дейінгі аралықта тәжірибелік сұранысқа сай іске асырылды. Тәжірибелік қоспалар пештің ішіне қызуға төзімді шыны тигелде термопараға жанастыра орналастырылды. Пеште ұстау уақыты 60 минут аралығында таңдалды. Тәжірибелік реактивті аммоний бисульфаты (АБС) қолданылды. Тәжірибелік зерттеулер нәтижесінде алынған өнімдер рентгенді фазалық талдаудан (РФТ) өткізіліп отырды [8]. Реакциялық қоспалардың, кейбір синтезделген

тұздардың қыздырған кездегі физикалық және химиялық өзгерістері «МОН» фирмасының дериватограф Q-1000/D системы F.Paylik, J. Paylik, L. Erdey және LabSys Evo TG-DTA/DSC (Setaram, Франция) арнайы стандартталған зауыттық құрылымдардың көмегімен, минутына 10°, 20° қыздыру жылдамдығы арқылы зерттелді. Кейбір реакциялардың жүру не жүрмеу ықтималдылығын HCS-5.1 Chemistry (Outokumpu) «Астра-4» бағдарламалық топтама (комплекс) көмегімен термодинамикалық бағаланды. Кейбір термодинамикалық деректері жоқ күрделі қосылыстардың сәйкес қасиеттері иондық инкремент әдісімен есептелді.

3. Нәтижелер және талқылау

Бұрынғы жарияланған еңбектерде аммоний сульфатының термиялық ыдырауы және оның әртүрлі металл қосылыстарымен – оксид, карбонат, хлорид, фторидтермен әрекетесу реакциялары зерттелген болатын [4-7].

Бұл мақалада аммоний бисульфатын түсті металлургия шикізаттарын өңдеуге бағытталған алғашқы зерттеулер деректері берілді.

Зерттеулерде никель қосылыстары қарастырылды. Оның АБС балқымасында жүретін негізгі реакцияларды термодинамикалық болжау нәтижелері 1–2-ші кестелерде келтірілген.

Кесте 1 - Аммоний бисульфаты мен никель оксидінің арасындағы әрекетесу реакциясын термодинамикалық зерттеу нәтижелері

$\text{NiO} + \text{NH}_4\text{HSO}_4 = \text{NiSO}_4 + \text{H}_2\text{O}(\text{r}) + \text{NH}_3(\text{r})$ (4)					
T, °C	ΔH , кКал	ΔS , Кал/К	ΔG , кКал	K	Log(K)
0.000	24.798	91.620	-0.227	1.521E+000	0.182
100.000	24.281	90.043	-9.319	2.873E+005	5.458
200.000	23.177	87.455	-18.202	2.561E+008	8.408
300.000	21.449	84.151	-26.782	1.634E+010	10.213
400.000	19.315	80.730	-35.029	2.364E+011	11.374
500.000	16.606	76.987	-42.917	1.357E+012	12.133

Кесте 2 - Аммоний бисульфаты мен никель сульфидінің арасындағы әрекетесу реакциясын термодинамикалық зерттеу нәтижелері

$\text{NiS} + \text{NH}_4\text{HSO}_4 = \text{NiSO}_4 + \text{H}_2\text{S}(\text{r}) + \text{NH}_3(\text{r})$ (5)					
T, °C	ΔH , кКал	ΔS , Кал/К	ΔG , кКал	K	Log(K)
0.000	41.448	92.240	16.253	9.882E-014	-13.005
100.000	40.838	90.360	7.120	6.751E-005	-4.171
200.000	39.825	87.976	-1.801	6.794E+000	0.832
300.000	38.281	85.034	-10.456	9.714E+003	3.987
400.000	34.629	79.287	-18.743	1.218E+006	6.086
500.000	31.954	75.592	-26.490	3.081E+007	7.489

Егер никель сульфидімен реакцияның жүру ықтималдылығы 200°C-қа жақын басталса, екінші реакция анағұрлым төменгі температурада басталуы мүмкін. Мұндай нәтижелер негізгі болжамдарға үйлесімді, себебі АБС

құрамындағы анионындағы сутек атомы үшін күкіртке қарағанда оттегі атомымен су молекуласын түзу тиімдірек. 4 және 5 тізбекті реакциялардың соңғысы болуы мүмкін. Оған дейін АБС молекуласы 2 есе көп болса қос катионды Туттон тұзының түзілуі мүмкін. Бұрын ешкім көңіл аударма қоймаған, осындай реакция ерекшеліктері әртүрлі жаңа қосылыстар алуға теориялық негіз болуы да күтілетін жәйт. Алайда Туттон және күрделі қышқыл тұздарының термодинамикалық функциялары жоғарғы программа базасында не басқадай ғылыми дерек көздерінде болмағандықтан болжаған қосылыстардың функциялары ионды инкремент әдісімен есептеліп алынды. Төменгі 3-ші кестеде келтірілген есептеулер нәтижелерін пайдалана отырып, 4-ші кестедегі реакциялар теңдеулерін сараптау нәтижелері алынды.

Кесте 3 - Реакцияларды сараптауға пайдаланылған күрделі аммоний тұздарының термодинамикалық функциялары

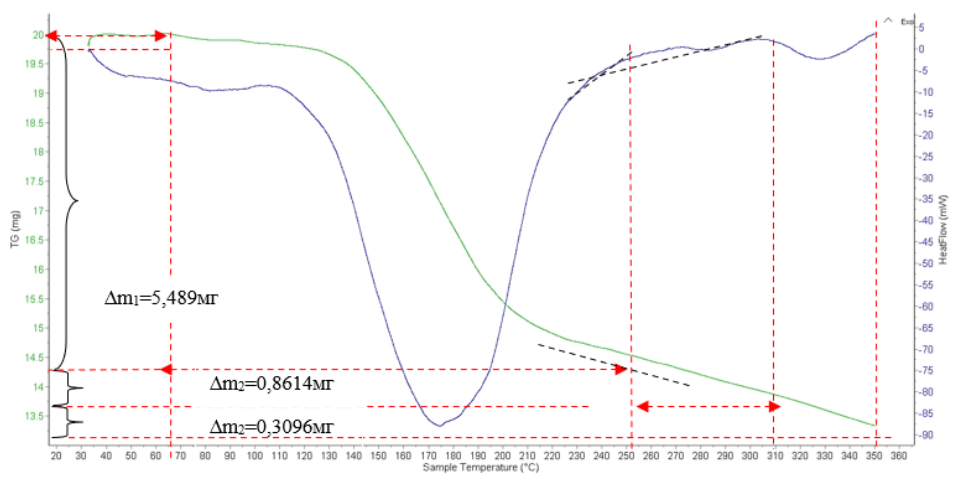
$(\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2$	-2136	-1692.6	139.2	Ионды инкремент [9]
NH_4HSO_4	-1020.2	-834.7	242.4	Ионды инкремент [9]
NiO	-239.7	-211.6	38.0	Анықтама [10]
$\text{H}_2\text{O}(\text{r})$	-241.8	-228.6	188.7	Анықтама [10]
$\text{NH}_3(\text{r})$	-46.2	-16.7	192.6	Анықтама [10]
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4(\text{к})$	-1180.0	-901.3	220.0	Анықтама [10]
$\text{NiSO}_4(\text{к})$	-873.5	-763.8	103.8	Анықтама [10]
$\text{NiS}(\text{к})$	-79	-76.9	53.0	Анықтама [10]
$\text{H}_2\text{S}(\text{r})$	-21	-33.8	205.7	Анықтама [10]

Кесте 4 - Аммоний бисульфаты мен никель сульфидінің арасындағы сатылы түрде жүруі мүмкін реакция термодинамикалық сараптау нәтижелері

№	Химиялық реакциялар теңдеулері	ΔH_{298}	ΔG_{298}	ΔS_{298}
0	$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4(\text{к}) = \text{NH}_4\text{HSO}_4(\text{ж}) + \text{NH}_3[\text{r}]$ $\Delta G_{528} = 113.6 - (0.215 \times 528\text{K}), T_{\text{ТТН}} = 255^\circ\text{C}$	113.6	49.9	0.215
4.1	$\text{NiO} + 2\text{NH}_4\text{HSO}_4(\text{е}) = (\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 + \text{H}_2\text{O}$ $\Delta G_{501} = -97.7 - (-0.1949 \times 501\text{K}), T_{\text{ТТН}} = 228^\circ\text{C}$	-97.7	-40.2	-194.9
4.2	$(\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 = \text{NiSO}_4(\text{к}) + \text{NH}_3 + \text{NH}_4\text{HSO}_4(\text{е})$ $\Delta G_{491} = -196.1 - (0.3996 \times 491\text{K}), T_{\text{ТТН}} = 218^\circ\text{C}$	196.1	77.4	399.6
4.3	$\text{NiO} + \text{NH}_4\text{HSO}_4(\text{е}) = \text{NiSO}_4(\text{к}) + \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$ $\Delta G_{479} = 98.4 - (0.2052 \times 479.5\text{K}), T_{\text{ТТН}} = 206.5^\circ\text{C}$	98.4	37.2	205.2
5.1	$2\text{NH}_4\text{HSO}_4(\text{е}) + \text{NiS}(\text{к}) = (\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 + \text{H}_2\text{S}(\text{r})$ $\Delta G_{195} = -37.6 - (-0.1929 \times 195\text{K}), T_{\text{ТТН}} = -78^\circ\text{C}$	-37.6	-59.4	-192.9
5.2	$(\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 = \text{NiSO}_4(\text{к}) + \text{NH}_3 + \text{NH}_4\text{HSO}_4(\text{е})$ $\Delta G_{491} = -196.1 - (0.3996 \times 491\text{K}), T_{\text{ТТН}} = 218^\circ\text{C}$	196.1	77.4	399.6
5.3	$\text{NH}_4\text{HSO}_4(\text{е}) + \text{NiS}(\text{к}) = \text{NiSO}_4(\text{к}) + \text{NH}_3 + \text{H}_2\text{S}$ $\Delta G_{767} = 158.5 - (0.2067 \times 767\text{K}), T_{\text{ТТН}} = 494^\circ\text{C}$	158.5	18.0	206.7

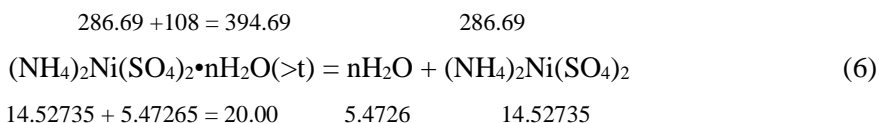
4.1 және 5.1 реакциялар бойынша АБС молекуласының аниондық сутегі атомы тұздардың аниондарын өзіне қосып алып, газды қосылысқа айналады. $T_{ТН}$ – түзу және кері реакциялардың жүру мүмкіндіктерінің температуралық ортақ нүктесі. 4-кестеден никель оксидінен, немесе сульфидінен Туттон тұзының түзілуі 218 – 228 °С (реакция 4.1-4.2) деңгейіне дейін ғана жүруі ықтимал екенін көреміз. Мұндай нәтиже аммоний-никельді Туттон тұзының 218 °С-тан аса ыдырауына сәйкес келеді. Себебі аммоний сульфаты да термографиялық зерттеулер нәтижелері бойынша 235 – 260°С тан бастап ыдырай бастайды.

$(NH_4)_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ қосылысының тәжірибелік үлгісі белгілі әдіспен, қаныққан аммоний сульфаты мен никель сульфаты ерітінділерін эквиваленті көлемде қосу арқылы алынды. Жартылай буландырып тұнбаға түскен көкшіл жасыл $(NH_4)_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ кристаллогидрат бөлініп алынды. Кей деректер бойынша қосылыс кристалды суын 96 °С-де толық жоғалтады. Үлгі салмағы 20 мг және 6 су молекуласының болжанған жоғалуы 5.473 мг құрайды (сурет1).

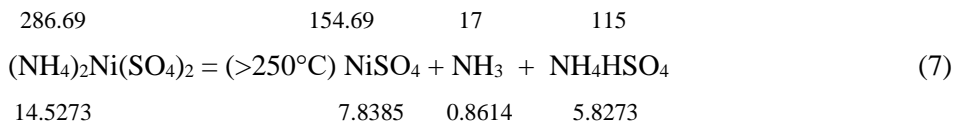


Сурет 1 - $(NH_4)_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ кристаллогидратын қыздырудың ДТА және ТГ қисығы

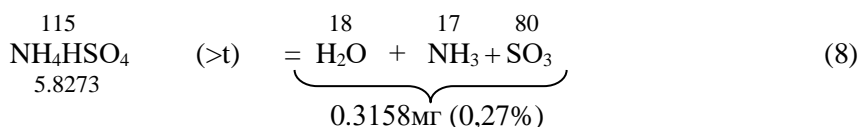
DTA қисығы (эндозффект) бойынша дегидратацияның толықтығы 250°С температураға сәйкес TG бойынша салмақ жоғалту 5.489 мг (98.99% су) құрады:



Осы зерттеулердің нәтижелері төменгі реакция теңдеуіне сәйкес сусыз аммоний-никель Туттон тұзының бастапқы ыдырауын көрсетті:



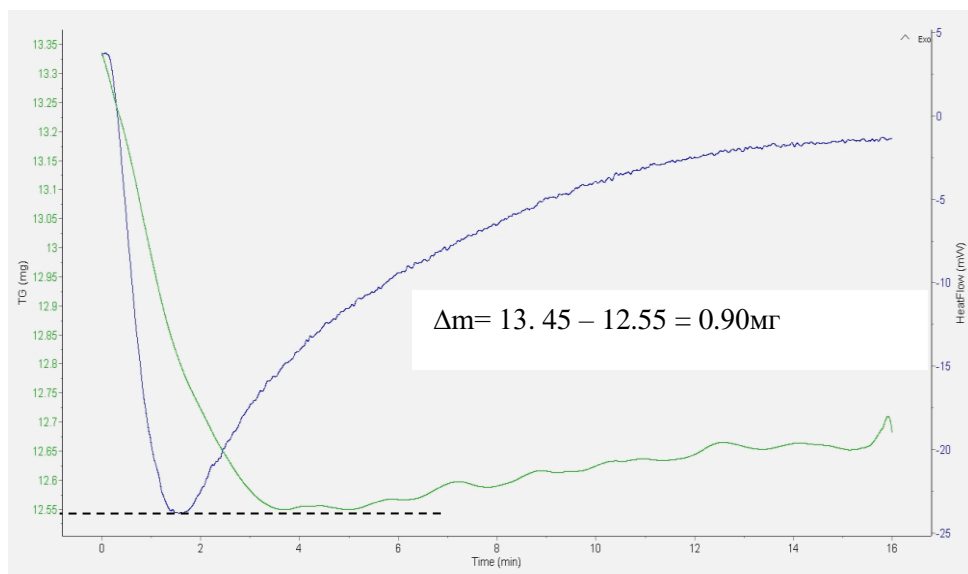
Ыдырау сульфатты құрамдастардың пайда болуымен және 230°C-тан жоғары, аммоний сульфаты термиялық өзгеріске ұшырауына қарай аммиак пен АБС-қа бір мезгілде ыдырайды. Ыдырау өнімдерінде жалғыз қышқыл тұз – аммоний бисульфаты. Есептеулер бойынша (7) реакциядан конденсацияланған өнімдер қосындысының шығымы 13.6659 мг-ға тең болу керек. 1-суреттен (ТГ) көрініп тұрғандай, салқындату сатысына түсетін 350°C-қа дейінгі термиялық өндеудің конденсацияланған өнімдерінің қалған бөлігінің нақты массасы 13.35 мг. Қосымша бөлінген 0.3158мг газ АБС молекуласының пиролизге ұшырауының нәтижесі ғана болуы тиіс:



Салқындату үрдісіне есептеу бойынша түсуге тиісті:

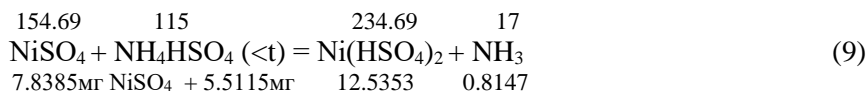
$$7.8385\text{мг NiSO}_4 + 5.5115\text{мг NH}_4\text{HSO}_4 = 13.35\text{мг} \text{ (ТГ нәтижесімен 100\% үйлеседі)}$$

Никель сульфаты бұл жағдайда ыдырай қоймайды. 350°C-тан бастап салқындату кезінде осы өнімдер арасында өзара әрекеттесу байқалады және нәтижесінде тағы 0.9 мг газ бөлінеді (2-сурет).



Сурет 2 - $(\text{NH}_4)_2\text{Ni}(\text{SO}_4)_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ тұтқон тұзының термиялық өңдеуде конденсацияланған өнімдерін $350\text{ }^\circ\text{C}$ -ден $128\text{ }^\circ\text{C}$ -ге дейін салқындатқандағы ДТА және ТГ кисықтары

Бұл құбылысты тек никельдің қышқыл тұзы түзілуімен ғана түсіндіруге болады:



Әрине, 9 реакция толық жүргенде қонбалы қалдықтың массасы 12.5355мг болу керек, ал ТГ нәтижесі бойынша қалдықтың салмағы 12.55мг . Тәжірибелік пен болжамалы есептің үйлесімділігі 99.88% . Тәжірибелік зерттеулерде тигелді суыта бастағанда газды фазада балқыма толық қатайғанша аммиак болатынын, ал қатты балқыманы сындырғанда оның бос қуыстары аммиакқа толы екенін көрсетті. Бұл жоғарыда келтірілген тұжырымдарға тағы бір дәлел. Бұрын еш жария көрмеген тағы бір ерекше құбылыс аммоний бисульфатының (артық аланғанда) балқымасы осы реакциялар нәтижесінде $230\text{ }^\circ\text{C}$ жоғары температурада сары лимон түске боялса, суыта келе осы температурадан бастап ағарып қатая бастайды. Бұл никель сульфатының қосылысқа түскенінің қосалқы дәлелі. Екінші жағынан бұл заттар қатысуымен қарастырылған басқада реакциялар түрлерінің еш белгілері байқалмады.

4. Қорытынды

Сонымен, кристаллогидратты аммоний-никелді Туттон тұзының қыздырған уақытта мынадай физикалық-химиялық өзгерістер болатыны анықталды:

1. Кристаллды су 250 °С температураға дейін толық бұға айналады.
2. 250 °С-тан жоғары температурада АБС никель сульфатымен сусыз тұз түзіп, 310 °С-та ыдырап бітеді және реакция өнімі сарғыш лимон түске боялады.
3. 310 °С-тан жоғары температурада АБС қосылысының белгілі термиялық ыдырау қасиеттеріне сәйкес өзгерістер болады.
4. 310 - 350 °С температурадағы реакциялық қонбалы өнімдер қоспасын суытқан кезде де аммиак бөлінеді және 230 °С-та балқыма қоюланып сары түс жоғала бастайды да, толық қатқан кезде ақ түске ауысады.
5. БСА балқымасымен металл оксиді, халькогениді, галогенидінің әрекеттесуі 250 °С-қа дейін қос тұзды аммоний-металл сульфатын түзе жүреді және БСА құрамындағы аниондық сутек атомы жоғары белсенділікке ие болып газды қосылыстарға айналады.
6. Аммоний құрамындағы төртінші сутек атомы қышқыл тұздар түзуге бейім.
7. Нәтижелер қос тұздар мен қосымша галогендік қышқылдарды АБС балқымасы арқылы алу мүмкіндігін көрсетті. Химиялық өнімдер ғана емес, металлургия саласында металл алудың да жаңа әдісін дамытуға жол ашады.

Қаржыландыру: Бұл зерттеуді Қазақстан Республикасының Білім және ғылым министрлігінің Ғылым комитеті қаржыландыруда (жоба № AP19677917).

Мүдделер қақтығысы: Бұл жұмыста авторлар арасында мүдделік қақтығыс жоқ.

АММИАЧНО-СОЛЕВЫЕ МЕТОДЫ ЯВЛЯЮТСЯ ОСНОВОЙ ДЛЯ СОЗДАНИЯ НОВЫХ ЭФФЕКТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ В ХИМИЧЕСКОЙ И МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

К.Ж. Жумашев¹, **А. Нарембекова**¹, **А.К. Серикбаева**^{2*}, **А.Ш. Аккенжеева**²,
А.Ч. Бусурманова², **А.А. Мауленев**³

¹ДГП «Химико-металлургический институт имени Ж.Абишева», Караганда, Казахстан

²НАО «Каспийский университет технологии и инжиниринга имени Ш.Есенова», Актау, Казахстан

³АО «КазАзот» Актау, Казахстан

*E-mail: akmaral.serikbayeva@yu.edu.kz

Резюме. Введение. В статье приводятся новые данные, являющиеся продолжением исследований по развитию научно-теоретических прикладных направлений, вышедших в более ранних изданиях, связанных с химической технологией и металлургией. В то время как предыдущие исследования использовали соли аммония в качестве реагентов для процессов получения синтетического карбоната натрия и фторидов, в этой публикации показаны возможности его применения для развития отрасли цветной металлургии. Цель работы показать важность анионного атома водорода в составе бисульфата аммония (АБС) при образовании соединений. В методах исследования

использовались термодинамический, термический, рентгенфазный анализы и математические программы. Физические и химические изменения реакционных смесей, некоторых синтезированных солей при нагревании производятся дериватографом фирмы «MOM» Q-1000 / D системы F. Paylik, J. Paylik, L. Erdey и LabSys Evo были исследованы с использованием специальных стандартизированных заводских структур, таких как TG-DTA/DSC (Setaram, Франция). Вероятность того, что некоторые реакции протекают или не протекают, термодинамически оценивали с помощью программного пакета (комплекса) HCS-5.1 Chemistry (Outokumpu) «Астра-4». В результатах исследований метод переработки сырья цветных металлов представлен в виде основной принципиальной технологической схемы. Вероятность того, что при получении конечного продукта образуются промежуточные сложные соли Туттона и происходят реакции путем их разложения, была продемонстрирована термодинамическими исследованиями. Показано, что разложение такой соли никелевого сульфата аммония происходит при температуре около 235-260 °С, при которой начинается пиролиз сульфата аммония с выделением аммиака в расплавы кристаллического сульфата металла и бисульфата аммония. При нагревании до интервала 300 – 350°С в расплаве БСА (NH₄)₂Ni(SO₄)₂ замечено, что посадочные продукты соли Туттона никелевого аммония-сплав сульфата никеля и БСА-реагируют с выделением аммиака даже при повторном охлаждении. Было установлено, что этот процесс «нагрев-охлаждение» происходит при переходе от лимонно-желтого цвета расплава БСА к белому. Было обнаружено, что при повторении процесса это явление также повторяется до тех пор, пока не закончится избыток расплава. Это явление объясняется образованием никелевой кислой соли между расплавом БСА и сульфатом никеля, который ранее никто не исследовал. Сделан вывод, что это явление должно быть общим для расплава БСА с сульфатами других металлов.

Ключевые слова: соли аммония, сульфат никеля, расплав, соли Туттона, химическая промышленность, цветная металлургия.

<i>Жумашев Калкаман Жумашевич</i>	<i>доктор химических наук</i>
<i>Нарембекова Айтбала</i>	<i>кандидат технических наук</i>
<i>Серикбаева Акмарал Кабылбековна</i>	<i>кандидат технических наук, профессор</i>
<i>Аккенжеева Анар Шнабаевна</i>	<i>кандидат технических наук</i>
<i>Бусурманова Аккенже Чанчаровна</i>	<i>кандидат химических наук</i>
<i>Маулешев Арман Ахметжанович</i>	<i>магистр</i>

Әдебиеттер тізімі

1. Д.А. Махрова. Технология получения сульфата аммония на химическом производстве. XXIV Международная научно-практическая конференция «Научное сообщество XXI века». Анапа, 2021, 26-30. <https://innova-science.ru/arhiv-konferenczij-2021/>
2. Abdel-Hakim T. Kandil, Mohamed F. Cheira, Hady S. Gado, Madiha H. Soliman, Hesham M. A. Ammonium sulfate preparation from phosphogypsum waste.. *Journal of Radiation Research and Applied Sciences*, 2017, Vol. 10, Issue 1, 24-33. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jrras.2016.11.001>
3. Yaroslav Hotskyi., G.K. Ivanitsky, A. R. Stepaniuk. Investigation of the evaporation and crystallization of a sessile drop of ammonium sulfate solution on a smooth heated surface // *Thermophysic and Thermal Power Engineering*, 2021, No 43(4), 51-61. DOI: <https://doi.org/10.31472/tpe.4.2021.6>
4. I. Sigurnjak, C. Brienza, E. Snauwaert, A. De Dobbelaere, J. De Mey, C. Vaneekhaute. Production and performance of bio-based mineral fertilizers from agricultural waste using ammonia (stripping-)scrubbing technology. *Waste Management*, 2019, V.89, 265-274. DOI: [10.1016/j.wasman.2019.03.043](https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.03.043)
5. Certificate № EC-01-001759. *Reagent and ammonium method of producing sodium carbonate*. Zhumashev K., Zhumasheva L., Berlin, 2018.
6. Жумашев К. Новый подход к переработке хлорида аммония при производстве кальцинированной соды. *Фундаментальные и прикладные исследования*, 2019, № 3, 45-52. URL: <https://scientificreview.ru/ru/article/view?id=64> (дата обращения: 09.10.2023)

7. Евразийский патент № 036883. *Способ получения фторида аммония*. Жумашев К., Рамазанов Б.Ф., 2021. <https://old.eapo.org/ru/publications/publicat/viewbull.php?bull=2021-01&id=036883&kind=B1&ipc=C01C001/16>
8. Косьянов, П. М. Рентгенофизический анализ неорганических веществ сложного химического состава : монография / П. М. Косьянов. – Тюмень : ТИУ, 2016. – 195 с.
9. Краткий справочник физико-химических величин. Интернет источник: <https://rushim.ru/books/spravochniki/mishenko.pdf>
10. Волков А.И., Жарский И.М. *Термодинамические характеристики веществ: справочник*. Минск, 2014, 288 с. <https://www.labirint.ru/books/412596/>

References

1. D.A. Mahrova. Tekhnologiya polucheniya sul'fata ammoniya na himicheskom proizvodstve. *XXIV Mezhdunarodnoj nauchno-prakticheskoy konferencii «Nauchnoe soobshchestvo XXI veka»*. Анапа, 2021, 26-30. <https://innova-science.ru/arhiv-konferenczij-2021/>
2. Abdel-Hakim T. Kandil, Mohamed F. Cheira, Hady S. Gado, Madiha H. Soliman, Hesham M. A. Ammonium sulfate preparation from phosphogypsum waste. *Journal of Radiation Research and Applied Sciences*, 2017, Vol. 10, Issue 1, 24-33. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jrras.2016.11.001>
3. Yaroslav Hotskyi., G.K. Ivanitsky, A. R. Stepaniuk. Investigation of the evaporation and crystallization of a sessile drop of ammonium sulfate solution on a smooth heated surface. *Thermophysics and Thermal Power Engineering*, 2021, No 43(4), 51-61. DOI: <https://doi.org/10.31472/ttpe.4.2021.6>
4. I. Sigurnjak, C. Brienza, E. Snauwaert, A. De Dobbelaere, J. De Mey, C. Vaneeckhaute. Production and performance of bio-based mineral fertilizers from agricultural waste using ammonia (stripping-)scrubbing technology // *Waste Management*. 2019, V.89. P.265-274
5. Certificate № EC-01-001759. Reagent and ammonium method of producing sodium carbonate. Zhumashev K., Zhumasheva L., Berlin, 2018.
6. Zhumashev K. Novyj podhod k pererabotke hlorida ammonija pri proizvodstve kal'cinirovannoj sody. *Fundamental'nye i prikladnye issledovaniya*, 2019, № 3, 45-52. URL: <https://scientificreview.ru/ru/article/view?id=64> (data obrashhenija: 09.10.2023)
7. Евразийский патент № 036883. *Способ получения фторида аммония*. Жумашев К., Рамазанов Б.Ф., 2021. <https://old.eapo.org/ru/publications/publicat/viewbull.php?bull=2021-01&id=036883&kind=B1&ipc=C01C001/16>
8. Kos'yanov, P. M. Рентгенофизический анализ неорганических веществ сложного химического состава : монография / П. М. Кос'янов. Тюмень, 2016, 195 с.
9. Краткий справочник физико-химических величин. Интернет источник: <https://rushim.ru/books/spravochniki/mishenko.pdf>
10. Volkov A.I., Zharskij I.M. *Термодинамические характеристики веществ: справочник*. Минск, 2014, 288 с. <https://www.labirint.ru/books/412596/>

FEATURES OF EXTRACTION OF LUTETIUM AND SCANDIUM IONS BY THE INTERPOLYMER SYSTEMS LEWATIT CNP LF-AB-17-8

T.K. Jumadilov¹, Kh. Khimersen^{1,2*}, J. Haponiuk³

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

²Abai Kazakh National Pedagogical University, Almaty, Kazakhstan

³Gdansk University of Technology, Gdansk, Poland

*E-mail: huaana88@mail.ru

Abstract. *Introduction.* Interpolymer systems based on ion exchange resins Lewatit CNP LF and AB-17-8 were used to separate metal ions from sample solutions containing lutetium and scandium. *The research aims* to achieve maximum absorption of lutetium and scandium ions by using the remote interaction effect of macromolecular polymers. *Methodology.* Jenway-6305 spectrophotometer (SK) was used to determine the residual concentration of metal ions in the solution. *The obtained results* show that individual polymers Lewatit (6:0) and AB-17-8 (0:6) do not have a higher absorption of lutetium ions (24.96% and 21.13%, respectively) rather than interpolymer systems. The maximum degree of extraction of lutetium ions is observed at a ratio of 4:2. The maximum values of the degree of absorption of scandium ions are observed at ratios of 5:1 and 1:5. As a result of the conducted studies, it was found that with an increase in the amount of one polymer in the interpolymer pair, the degree of binding of the second polymer to the metal ion increases. The Lewatit CNP LF cation exchanger has a binding degree of 2.99 mg/mol in a ratio of 6:0, and with an increase in the amount of anion exchanger AB-17-8 by 5 times, the binding degree of the cation exchanger in a ratio of 1:5 has increased to 13.84 mg/mol. The binding degree of AB-17-8 in the ratio of 0:6 increased from 2.03 mg/mol to 12.20 mg/mol with a ratio of interpolymer systems of 5:1. The degree of binding of the cation exchanger with the lutetium ion increased by 4.5 times, and the degree of binding of the anion exchanger increased by 6 times. *Conclusion.* The results obtained show the possibility of using interpolymer systems for the extraction of lutetium and scandium ions from industrial aqueous solutions.

Keywords: Lewatit CNPLF, AB-17-8, interpolymer system, absorption degree, desorption, lutetium ions, scandium ions

Jumadilov Talkybek Kozhatayevich

Doctor of Chemical Sciences, Professor, e-mail: jumadilov@mail.ru

Khimersen Khuangul

PhD student, e-mail: huaana88@mail.ru

Jozef Haponiuk

Full professor, Gdansk University of Technology; e-mail: jozef.haponiuk@pg.edu.pl

Citation: Jumadilov T.K., Khimersen Kh., Haponiuk J. Features of extraction of scandium and lutetium ions by the interpolymer systems Lewatit CNP LF-AB-17-8. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 4(84), 74-84. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.41>

ЛЮТЕЦИЙ ЖӘНЕ СКАНДИЙ ИОНДАРЫНЫҢ ЛЕВАТИТ CNP LF-AB-17-8 ИНТЕРПОЛИМЕРЛІ ЖҮЙЕСІМЕН СОРЫЛУ ЕРЕКШЕЛІКТЕРІ

Т.К. Джумадилов¹, Х. Химэрсэн^{1,2*}, Ю. Хапонок³

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

²Абай атындағы Қазақ ұлттық педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан

³Гданьск технологиялық университеті, Гданьск, Польша

*E-mail: huana88@mail.ru

Түйіндеме. *Кіріспе.* Құрамында лютеций және скандий бар үлгі ерітінділерінен осы металдарды бөлу үшін ионалмастырғыш шайырлар Леватит CNP LF және АВ-17-8 негізінде құрылған интерполимерлі жүйелер қолданылды. *Жұмыстың мақсаты* лютеций және скандий иондарына қатысты Леватит және АВ-17-8 өндірістік ион алмастырғыш шайырларының сору қасиетін және десорбциясын зерттеу. *Әдістері.* Ерітіндідегі лютеций және скандий иондарының қалдық концентрациясын анықтау үшін тұздар ерітінділерінің оптикалық тығыздығы Jenway-6305 спектрофотометрінде (СК) анықталды. *Алынған нәтижелер.* Леватит (6:0) және АВ-17-8 (0:6) жеке полимерлердің лютеций иондарын сору дәрежесі (сәйкесінше 24.96% және 21.13%) интерполимерлі жүйелерге қарағанда төмен екені анықталды. Лютеций иондарының максималды сорылу мөлшері иониттердің 4:2 қатынасында тіркелді. Скандий иондары үшін 5:1 және 1:5 қатынастарында максимум сорбция мәндері тіркелді. Есептеу нәтижелерінде интерполимер жұбындағы бір полимердің мөлшері артқан сайын сәйкесінше екінші полимердің метал ионымен байланысу дәрежесі өсетіні анықталды. Катион алмастырғыш Леватит CNP LF 6:0 қатынасында байланысу дәрежесі 2.99 мг/моль болса, анион алмастырғыштың АВ-17-8 мөлшерін 5 есе арттырғанда катиониттің байланысу дәрежесі 1:5 қатынасында 13.84 мг/мольге дейін көтерілген. Анионит АВ-17-8 0:6 қатынасында байланысу дәрежесі 2.03 мг/мольден интерполимердің 5:1 қатынасында 12.20 мг/мольге дейін өскен. Катиониттің лютеций ионымен байланысу дәрежесі 4.5 есеге, ал анионитте 6 есеге дейін жоғарылаған. *Қорытынды.* Алынған нәтижелер өндірістік сулы ерітінділерден лютеций мен скандий иондарын қалпына келтіруде интерполимерлі жүйелерді қолдану мүмкіндігі бар екенін көрсетеді.

Түйін сөздер: Леватит CNP LF, АВ-17-8, интерполимерлі жүйелер, сору дәрежесі, десорбция, лютеций иондары, скандий иондары

Джумадилов Талқыбек Қожатаевич

Химия ғылымдарының докторы, профессор

Химэрсэн Хуангул

PhD докторант

Юзеф Хапонок

Профессор

1. Кіріспе

Сирек жер элементтері периодтық жүйенің 17 элементінен тұрады, оның ішінде 15 лантаноидтер, иттрий және скандий кіреді [1,2]. Жел турбиналары, гибридті көліктер, компьютерлік жабдықтар, каталитикалық түрлендіргіштер, фотоэлектрлік жұқа пленкалар және энергияны үнемдейтін жарықтандыру сияқты жаңа технологиялардың дамуына байланысты сирек жер металдарының ғылым мен өндірісте алатын орны ерекше. Бұл элементтерді екі негізгі жолмен алуға болады, олардың ішінде ең маңыздысы тау-кен өндірісі болып табылады. СЖМ бүкіл әлем бойынша құрамында ілеспе металдар немесе бастапқы радиоактивті элементтер (Th, U) бар әртүрлі минералдардан алады [3,4,5]. Алдын ала механикалық өңдеуден кейін (минералдарды ұсақтау және ұнтақтау), ерітіндіден металл

иондарын алу үшін ұнтақтар концентрлі қышқылдарда (HCl, HNO₃ немесе H₂SO₄) ерітіледі [6].

Сирек жер иондарын сулы ерітінділерден әртүрлі сорбциялық материалдармен, оның ішінде модификацияланған қызыл саздармен, функционалды хитозанның магнитті нанобөлшектерімен, көміртекті адсорбенттермен, биосорбенттермен, гидрогелдермен және ионалмастырғыш шайырлармен бөлуге болады [7,8]. Ион алмасу кезінде ерітіндідегі металл ионы R³⁺ион алмастырғышта үш протонмен алмасады. Катионмен шайырдың байланысу күші ионның радиусына және оның зарядына байланысты. Скандийдің иондық радиусы (0.745 Å) лютецийге қарағанда (0.861 Å) әлдеқайда аз [9]. Ал лютеций лантаноидтардың қатарындағы иондық радиусы ең кіші элемент. Сондықтан скандий мен лютеций иондарының сору айырмашылықтары табылса басқа лантаноидтарды да скандийден бөлуге болады деп болжам жасауға болады. Осыған орай бұл зерттеу скандий және лютеций иондарының максималды сорылуына қол жеткізу үшін макромолекулалық полимерлердің қашықтан әрекеттесу әсерін қолдануға бағытталған.

Зерттеудің мақсаты лютеций және скандий иондарына қатысты Леватит және АВ-17-8 өндірістік ион алмастырғыш шайырларының сору қасиетін және десорбциясын зерттеу.

2. Эксперименттік бөлім

Зерттеуге келесі материалдар пайдаланылды: (1) Леватит CNP LF (H⁺ формасы) (LANXESS Deutschland GmbH, Кельн, Германия), әлсіз қышқылды макрокеуекті катионалмастырғыш (түйіршіктер өлшемі 0.3–1.6 мм болатын полиакрилат) және (2) АВ-17-8 (ОН⁻ формасы) (Азот, Черкассы, Украина), күшті негіздік анионалмастырғыш (стирол және дивинилбензол сополимері, түйіршіктер өлшемі 0.3–1.2 мм).

Келесі реагенттер пайдаланылды: ерітіндідегі лютеций иондарының көзі ретінде лютеций (III) нитраты пентагидраты (Sigma-Oldrich, Дармштадт, Германия); ерітіндідегі скандий иондарының көзі ретінде скандий (III) сульфаты (Sigma-Oldrich, Дармштадт, Германия); металға индикатор реагент арсеназо III (Sigma-Oldrich, Германия) және стандартты ерітіндіні дайындауға арналған перхлор қышқылы (HClO₄) (Sigma-Oldrich, Дармштадт, Германия), десорбция процесі үшін HNO₃ (Sigma-Oldrich, Германия).

Келесі құрал-жабдықтар пайдаланылды: Ерітіндідегі лютеций және скандий иондарының қалдық концентрациясын анықтау үшін тұздар ерітінділерінің оптикалық тығыздығы Jenway-6305 спектрофотометрінде (СК) анықталды.

Интерполимерлік жүйелердің сорбциялық қасиеттерін зерттеу:

1) Өндірістік ион алмастырғыш шайырлар (Леватит CNP LF, АВ-17-8) негізінде молдік қатынастары әртүрлі интерполимерлі жүйелер құрылды: Леватит CNP LF-АВ-17-8;

2) Құрғақ түрдегі әрбір полимерлі макромолекулалардың есептелген мөлшері арнайы полипропиленді сүзгіге салынды;

3) Осы интерполимерлі жүйелермен лютеций және скандий иондарын сору 48 сағат бойы жүргізілді, скандий иондарының концентрациясын анықтау үшін аликвоттар алынды.

Сорбция параметрлерін есептеу. Лютеций және скандий тұздарының ерітіндісі ($C = 100$ мг/л) ионсызданған сумен дайындалды ($\chi = 10$ мк³ /см; рН = 6,55). Метал иондарының сорылу дәрежесі мына теңдеуге сәйкес есептелді:

$$\eta = \frac{C_0 - C_e}{C_0} * 100\%,$$

мұндағы C_0 – ерітіндідегі метал иондарының бастапқы концентрациясы, мг/л; C_e – метал иондарының ерітіндідегі қалдық концентрациясы, мг/л.

Полимер тізбегінің түйінаралық буындарының метал иондарымен байланысу дәрежесі келесі формула бойынша есептелді:

$$\theta = \frac{v_{\text{сорб}}}{v} * 100\%,$$

мұндағы $v_{\text{сорб}}$ – сорылған лютеций және скандий иондарының мөлшері, моль; v – полимер массасының мөлшері (егер ерітіндіде 2 полимер болған жағдайда, онда олардың әрқайсысының мөлшерінің қосындысы ретінде қарастырылады), моль.

Интерполимерлі жүйелердің десорбциясын зерттеу:

Метал иондарына қаныққан ионалмастырғыш шайырлардың десорбциясы 2% азот қышқылымен жүргізілді.

3. Нәтижелер және оларды талқылау

Лютеций және скандий иондарының сорбциясы

Леватит CNP LF-AB-17-8 интерполимер жүйесінің лютеций және скандий иондарын сору дәрежесінің уақыт бойынша полимерлердің молярлық қатынасына тәуелділігі 1 және 2-кестеде көрсетілген. Лютеций иондарының максималды мөлшері иониттердің 4:2 қатынасында сорылады. Әрекеттесудің алғашқы уақытында сорбция аса қарқынды емес. 6 сағат өткеннен кейін сору дәрежесі интерполимер жұптарында күрт өскен. Интерполимердің 4:2 қатынасында сору дәрежесі 6 сағат әрекеттесуден кейін 12.69% болса, ал жеке ион алмастырғыштарда өзгеріс болмаған, параметр мәндері 0.92% (катионит үшін) және 1.69% (анионит үшін) тең. Максималды сору дәрежесі барлық уақытта 4:2 қатынасында сақталған. Бұл қатынаста 48 сағатта сору дәрежесі 42.1% құрайды. Алынған нәтижелер леватит (6:0) және АВ-17-8 (0:6) жеке полимерлердің лютеций иондарын сору дәрежесі (сәйкесінше 24.96% және 21.13%) интерполимерлі жүйелерге қарағанда жоғары емес екенін көрсетеді. 2-кестеге келер болсақ, бұл жерде

сорбция процесі лютециймен салыстырғанда өзгеше. Өрекеттесудің алғашқы уақытынан бастап параметр мәні күрт өскен, бірақ одан кейінгі уақыттарда өсу аса қарқынды емес. Интерполимер жүйенің 5:1 қатынасында скандий иондарын сору дәрежесі жеке полимерлермен салыстырғанда жоғары мәнге ие. Леватит CNP (6:0) және АВ-17-8 (0:6) полимерлерінің сору дәрежесі 38.41% және 38.16%. Леватит CNP-АВ-17-8 4:2 және 2:4 қатынастарының сору дәрежесі аса жоғары емес. Бұл жоғарыда аталған интерполимер жұптарында олардың қашықтан әрекеттесуі кезінде иондану дәрежесінің жеткіліксіздігін көрсетеді. Сору дәрежесінің ең жоғары мәндері 48 сағат әрекеттесу кезінде 5:1 және 3:3 қатынастарында байқалады. Полимерлердің 5:1 қатынасында сору дәрежесі 38.89 %, 3:3 қатынасында 38.41% құрайды.

Кесте 1 – Леватит CNP LF-АВ-17-8 интерполимер жүйесінің лютеций иондарына қатысты сору дәрежесі

$\eta (\text{Lu}^{3+}), \%$							
Леватит CNP LF-АВ-17-8, моль:моль							
t, h	6:0	5:1	4:2	3:3	2:4	1:5	0:6
1	0.92	4.5	1.64	0.66	1.64	0.66	0.15
6	0.92	1.69	12.69	5.01	9.87	6.55	1.69
24	17.29	22.4	28.03	21.13	18.06	17.03	9.1
48	24.96	32.38	42.1	34.42	34.42	32.89	21.13

Кесте 2 – Леватит CNP LF-АВ-17-8 интерполимер жүйесінің скандий иондарына қатысты сору дәрежесі

$\eta (\text{Sc}^{3+}), \%$							
Леватит CNP LF-АВ-17-8, моль:моль							
t, h	6:0	5:1	4:2	3:3	2:4	1:5	0:6
1	18.84	21.5	20.29	21.26	20.77	20.53	18.6
6	19.32	20.77	23.19	23.67	22.46	24.64	19.32
24	27.29	28.26	27.78	28.02	29.71	31.16	29.47
48	38.41	38.89	35.51	38.41	36.71	37.68	38.16

3-кестеде уақыт бойынша полимер тізбегінің байланысу дәрежесінің полимерлердің молярлық қатынасына тәуелділігі (лютеций иондарына қатысты) көрсетілген. Кестеден көрініп тұрғандай, ерітіндіде екі полимер болған кезде полимер тізбегінің байланысу дәрежесі тек полиқышқыл немесе полинегіз (қатынасы 6:0 және 0:6) болған жағдайға қарағанда жоғары болады. Леватит CNP LF-АВ-17-8 интерполимер жүйесінің 5:1 қатынасында лютеций иондарының сорылуы онша қарқынды емес; байланысу дәрежесі 2.95% құрайды. Ал 4:2, 3:3 және 1:5 қатынастарында Lu^{3+} иондарының байланысу дәрежесі жоғарырақ. Полимер тізбегінің максималды байланысу дәрежесі Леватит CNP LF-АВ-17-8 интерполимер жүйесінің 4:2 қатынасында 3.91% құрайды.

Кесте 3 – Полимерлік тізбектің лютеций иондарымен байланысу дәрежесі

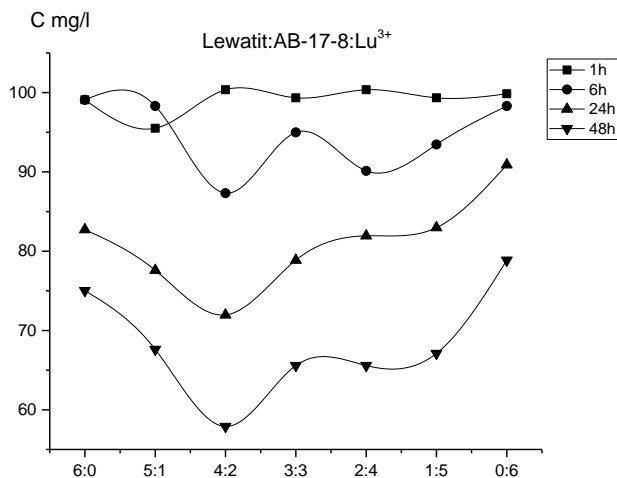
$\theta (\text{Lu}^{3+}), \%$							
Леватит CNP LF-AB-17-8, моль:моль							
t, h	6:0	5:1	4:2	3:3	2:4	1:5	0:6
1	0.08	0.41	0.15	0.06	0.16	0.06	0.01
6	0.08	0.54	1.18	0.47	0.95	0.64	0.17
24	1.54	2.04	2.60	2.00	1.74	1.68	0.91
48	2.23	2.95	3.91	3.26	3.32	3.24	2.12

4-кестеде Леватит CNP LF-AB-17-8 интерполимер жүйесінің полимер тізбегінің байланысу дәрежесінің (скандий иондарына қатысты) кинетикасы көрсетілген. Интерполимер жүйесіндегі полимер тізбегінің байланысу дәрежесінің максималды мәндері 48 сағаттан кейін Леватит CNP LF-AB-17-8 5:1, 3:3, 1:5 және 0:6 қатынастарында 6.90%, 7.08%, 7.23% және 7.47% құрады.

Кесте 4 – Полимерлік тізбектің скандий иондарымен байланысу дәрежесі

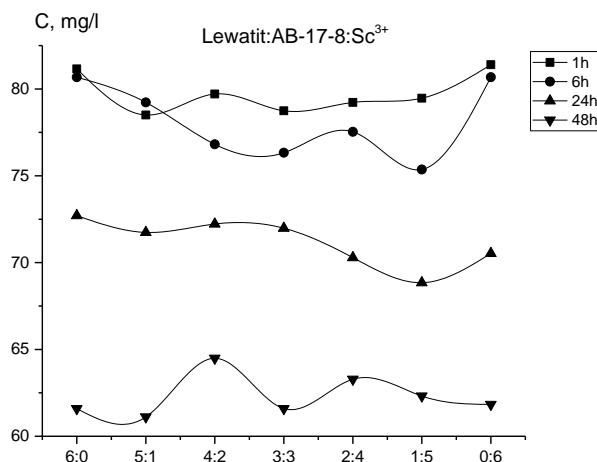
$\theta (\text{Sc}^{3+}), \%$							
Леватит CNP LF-AB-17-8, моль:моль							
t, h	6:0	5:1	4:2	3:3	2:4	1:5	0:6
1	3.28	3.81	3.67	3.92	3.90	3.94	3.64
6	3.37	3.68	4.19	4.36	4.22	4.73	3.78
24	4.76	5.01	5.03	5.16	5.58	5.98	5.77
48	6.69	6.90	6.43	7.08	6.90	7.23	7.47

Жеке Леватит CNP LF және AB-17-8 ионалмастырғыш шайырларымен интерполимер жүйелерінің сорбциясы кезінде лютеций иондарының концентрацияларының төмендеуі 1-суретте көрсетілген. Лютеций иондарының концентрациясы сорылу процесінің 6-сағаты өткеннен кейін айтарлықтай төмендегені байқалады. Сорбцияның максималды мәндері әрекеттесудің барлық уақытында 4:2 қатынасына тән. Ал интерполимерлі жүйелердің 5:1, 3:3, 2:4 және 1:5 қатынастары үшін сору процесі бір деңгейде жүргенін көруге болады. Леватит CNP (6:0) және AB-17-8 (0:6) жеке полимерлерінің сору мәндері интерполимерлі жұптармен салыстырғанда минималды мәнге ие. Алынған нәтижелер қышқылдық және негіздік полимерлердің өзара активтенуі интерполимер жүйесіндегі ионалмастырғыш шайырлардың сору қасиеттерінің айтарлықтай артуына әкелетінін көрсетеді.



Сурет 1 - CNP LF - АВ-17-8 интерполимер жүйесінің сорбциясынан кейін ерітіндідегі Lu³⁺ иондарының қалдық концентрациясының молярлық қатынас пен уақытқа байланысты өзгеруі

2-суретте көрініп тұрғандай, бастапқыда негіздік полимердің мөлшері өскен сайын ерітіндідегі скандийдің концентрациясы баяу төмендеген. Бұл құбылыс әрекеттесудің 24 сағатында да сақталған. Ал 48 сағат өткеннен кейін жүйеде өзгерістер пайда болғанын көруге болады. Интерполимердің CNP LF - АВ-17-8 5:1 және 3:3 қатынастарында минимум нүктелер пайда болған. Бұл сорбциядан кейінгі ерітіндіде қалған скандийдің ең аз мөлшері тіркелген аумақтар.



Сурет 2 - CNP LF - АВ-17-8 интерполимер жүйесінің сорбциясынан кейін ерітіндідегі Sc³⁺ иондарының қалдық концентрациясының молярлық қатынас пен уақытқа байланысты өзгеруі

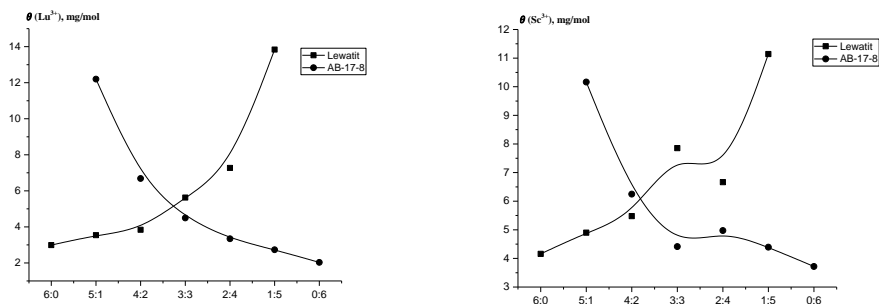
Лютеций және скандий иондарының десорбциясы

Сирек жер металдарына қаныққан ионалмастырғыш шайырлардың десорбциясы үшін бөлме температурасында 2% HNO₃ пайдаланылды. Әрбір молярлық қатынас бойынша алынған интерполимерлер жұбын жеке-жеке бөліп қышқыл ерітіндісінде 48 сағатқа қалдырдық. 5-кестеде 48 сағаттан кейін 1 моль ионалмастырғыш шайырға байланысқан метал иондарына жүргізілген есептеу нәтижелері келтірілген. Есептеу нәтижелерінде интерполимер жұбындағы бір полимердің мөлшері артқан сайын сәйкесінше екінші полимердің метал ионымен байланысу дәрежесі өсетіні анықталды. Катионалмастырғыш Леватит CNP LF 6:0 қатынасында байланысу дәрежесі 2.99 мг/моль болса, анион алмастырғыштың АВ-17-8 мөлшерін 5 есе арттырғанда катиониттің байланысу дәрежесі 1:5 қатынасында 13.84 мг/мольге дейін көтерілген. Бұл заңдылық анионалмастырғыш үшін сақталған. Анионит АВ-17-8 0:6 қатынасында байланысу дәрежесі 2.03 мг/мольден интерполимердің 5:1 қатынасында 12.20 мг/мольге дейін өскен. Катиониттің лютеций ионымен байланысу дәрежесі 4.5 есеге, ал анионитте 6 есеге дейін жоғарылаған. Скандиймен байланысу дәрежесі лютеций мен салыстырғанда сәл төменірек. Бұл жерде Леватит CNP LF 4.16 мг/мольден 11.14 мг/мольге, яғни 2.5 есе, ал АВ-17-8 3.72 мг/мольден 10.16 мг/мольге, яғни 2.7 есеге көтерілген. Екі металда да максималды байланысу полимер жұбындағы 1 моль Леватит CNP LF (1:5 қатынасындағы интерполимер жұбында) және 1 моль АВ-17-8 ге (5:1 қатынасындағы интерполимер жұбында) сәйкес келген (сурет 3). Ал ең төменгі байланысу дәрежесі 6:0 және 0:6 қатынастарындағы жеке полимерлерге тән.

Кесте 5. Лютеций және скандий иондарының 1 моль полимермен байланысу дәрежесі

θ (Lu ³⁺), мг/моль							
Леватит CNP LF-АВ-17-8, моль:моль							
	6:0	5:1	4:2	3:3	2:4	1:5	0:6
Леватит	2.99	3.54	3.84	5.63	7.27	13.84	-
АВ-17-8	-	12.20	6.68	4.49	3.34	2.73	2.03

θ (Sc ³⁺), мг/моль							
Леватит CNP LF-АВ-17-8, моль:моль							
	6:0	5:1	4:2	3:3	2:4	1:5	0:6
Леватит	4.16	4.90	5.48	7.85	6.66	11.14	-
АВ-17-8	-	10.16	6.25	4.41	4.97	4.39	3.72



Сурет 3 - Лютеций және скандий иондарының 1 моль полимермен байланысу дәрежесі

4. Қорытынды

Зерттеу нәтижесінде лютеций иондары үшін интерполимер жүйелердің 4:2 қатынасында, ал скандий иондары үшін 5:1 және 1:5 қатынастарында максимум сору мәндері тіркелді. Лютеций және скандий иондарының шайырмен адсорбциялану кинетикасы баяу болғандықтан бұл зерттеуде қолайлы уақыт ретінде 48 сағат байланыс уақыты таңдалды. Полимерге сорылған метал иондары 2% HNO₃ элюентімен толығымен десорбцияланды. Лютеций және скандий иондарының 1 моль полимермен максималды байланысу мәні леватит CNP LF - AB-17-8 5:1 және 1:5 қатынастарында тіркелді. Есептеу нәтижелерінде интерполимер жұбындағы бір полимердің мөлшері артқан сайын сәйкесінше екінші полимердің метал ионымен байланысу дәрежесі өсетіні анықталды. Катионалмастырғыш Леватит CNP LF 6:0 қатынасында байланысу дәрежесі 2.99 мг/моль болса, анион алмастырғыштың AB-17-8 мөлшерін 5 есе арттырғанда катиониттің байланысу дәрежесі 1:5 қатынасында 13.84 мг/мольге дейін көтерілген. Анионит AB-17-8 0:6 қатынасында байланысу дәрежесі 2.03 мг/мольден интерполимердің 5:1 қатынасында 12.20 мг/мольге дейін өскен. Катиониттің лютеций ионымен байланысу дәрежесі 4.5 есеге, ал анионитте 6 есеге дейін жоғарылаған. Бұл нәтижелер келешекте технологиялық ерітінділерден скандийден лютецийді бөліп алу үшін осы интерполимер жұптарын пайдалану мүмкіндігін көрсетеді.

Қаржыландыру: Зерттеу жұмысы Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігі Ғылым комитетінің гранттық қаржыландыру бойынша No.AP14870002 жобасымен қаржыландырылды.

Мүдделер қақтығысы: Авторлар бұл мақалада өзара мүдделер қақтығысының жоқтығын мәлімдейді.

ОСОБЕННОСТИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ИОНОВ ЛЮТЕЦИЯ И СКАНДИЯ ИНТЕРПОЛИМЕРНОЙ СИСТЕМОЙ ЛЕВАТИТ CNP LF - АВ-17-8

Т.К. Джумадилов¹, Х. Химэрсэн^{1,2*}, Ю. Хапонюк³

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

²Казахский национальный педагогический университет имени Абая, Алматы, Казахстан

³Гданьский технологический университет, Гданск, Польша

*E-mail: huana88@mail.ru

Резюме. Введение. Для разделения ионов металлов из растворов проб, содержащих лютеций и скандий, были использованы интерполимерные системы на основе ионообменных смол Леватит CNP LF и АВ-17-8. Цель исследования – изучение сорбционных и десорбционных свойств промышленных ионообменных смол Леватит и АВ-17-8 по отношению к ионам лютеция и скандия. Методология. Для определения остаточной концентрации ионов лютеция и скандия в растворе определяли оптическую плотность растворов солей на спектрофотометре Jenway-6305 (СК). Полученные результаты. Было установлено, что индивидуальные полимеры Леватит (6:0) и АВ-17-8 (0:6) имеют более низкую степень сорбции ионов лютеция (24.96% и 21.13% соответственно), чем интерполимерные системы. Максимальная степень сорбции ионов лютеция наблюдается при соотношении 4:2. Максимальные значения степени сорбции ионов скандия наблюдаются при соотношениях 5:1 и 1:5. В результате расчетов установлено, что с увеличением количества одного полимера в интерполимерной паре увеличивается степень связывания второго полимера с ионом металла. Если катионит Леватит CNP LF имеет степень связывания 2.99 мг/моль при соотношении 6:0, то при увеличении количества анионита АВ-17-8 в 5 раз степень связывания катионита увеличилась до 13.84 мг /моль при соотношении 1:5. Степень связывания исходного анионита АВ-17-8 увеличилась с 2.03 мг/моль до 12.20 мг/моль при соотношении интерполимера 5:1. Степень связывания ионов лютеция катионитом увеличилась в 4.5 раза, а анионитом в 6 раз. Вывод. Полученные результаты показывают возможность использования интерполимерных систем для извлечения ионов лютеция и скандия из промышленных водных растворов.

Ключевые слова: Леватит CNPLF, АВ-17-8, интерполимерная система, степень сорбции, десорбция, ионы лютеция, ионы скандия

Джумадилов Талкыбек Кожатаевич Доктор химических наук, профессор

Химэрсэн Хуангул Ph.D докторант

Юзеф Хапонюк Профессор

Әдебиеттер тізімі

1. De Boer M.A., Lammertsma K. Scarcity of rare earth elements. *ChemSusChem*, **2013**, No. 6 (11), 2045–2055. DOI: <https://doi.org/10.1002/cssc.201200794>
2. Binnemans K., Jones P. T., Blanpain B., Van Gerven T., Yang Y., Walton A., Buchert M. Recycling of rare earths: a critical review. *Journal of Cleaner Production*, **2013**, No.51, 1–22. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2012.12.037>
3. Oelkers E. H., Poitrasson F. An experimental study of the dissolution stoichiometry and rates of a natural monazite as a function of temperature from 50 to 230 °C and pH from 1.5 to 10. *Chemical Geology*, **2002**, No.191 (1-3), 73–87. DOI: [https://doi.org/10.1016/s0009-2541\(02\)00149-3](https://doi.org/10.1016/s0009-2541(02)00149-3)
4. Sinclair L.K., Baek D.L., Thompson J., Tester J.W., Fox R.V. Rare earth element extraction from pretreated bastnäsite in supercritical carbon dioxide. *The Journal of Supercritical Fluids*, **2017**, No. 124, 20–29. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2017.01.005>
5. Andersen A. K., Clark J. G., Larson P. B., Donovan J. J. REE fractionation, mineral speciation, and supergene enrichment of the Bear Lodge carbonatites. *Ore Geology Reviews*, **2017**, No. 89, 780–807. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.oregeorev.2017.06.025>

6. Xie F., Zhang T. A., Dreisinger D., Doyle F. A critical review on solvent extraction of rare earths from aqueous solutions. *Minerals Engineering*, **2014**, No. 6, 10–28. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.10.021>

7. Khalil M., Dakroury G. A., Borai E.H. Efficient sorption and group separation of rare earth elements using modified CuO nanocomposite. *J.Surfaces and Interfaces*, **2022**, No.33, DOI:10.1016/j.surfin.2022.102233

8. Jumadilov T.K., Khimersen Kh., Totkhuskyzy B., Haponiuk J. Adsorption methods for the extraction and separation of rare earth elements. Review. *Complex Use of Mineral Resources*, **2021**, No.3 (318), 12-23. (In Kazakh). DOI: <https://doi.org/10.31643/2021/6445.24>

9. Kumari A., Panda R., Jha M.K., Kumar J.R., Lee J.Y. Process development to recover rare earth metals from monazite mineral: a review. *Minerals Engineering*, **2015**, No.79,102–115.

PRODUCTION OF DRILLING FLUIDS BASED ON COTTON SOAPSTOCKS

Bimbetova G.Zh.¹, Kembayev A.R.¹, Botashev E.T.¹, Otarbayev N.Sh.¹, Nadirova Zh.K.¹, Tusupkaliev E.A.^{2}, Maimekov Z.K.³, Sambaeva D.A.⁴*

¹*M. Auezov South Kazakhstan University, Shymkent, Kazakhstan*

²*JSC "A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences", Almaty, Kazakhstan*

³*Kyrgyz-Turkish Manas University, Bishkek, Kyrgyzstan*

⁴*Kyrgyz State Technical University after I. Razzakov, Bishkek, Kyrgyzstan*

*E-mail: t_ersin@mail.ru

Abstract. *Introduction.* For effective oil production, this is necessary to ensure high-quality drilling, opening of reservoirs. Many tasks that arise during drilling are solved with the help of process fluids. *The purpose* of the work is to create new drilling fluids based on secondary resources, surfactants. The composition of a new drilling mud for drilling wells is proposed. *Methods.* One of the main indicators of hydrophobic emulsion solutions is filtrate output. The operational properties of the filtrate release of hydrophobic emulsion solutions differ slightly from other indicators. When filtering hydrophobic emulsion solutions in a porous medium, the kinetic factor associated with the rate of formation of the filtration crust becomes of great importance. *Results and discussion.* The instantaneous filtrate output of systems of hydrophobic emulsion solutions stabilized by surfactants is reduced due to the rapid formation of a bound filtration crust by means of fast interactions, therefore, it's strengthened by slow interaction bonds. This formation of charge-transfer complexes, electronic donor-acceptor, long-lived free stable radicals, hydrogen, covalent bonding carried out with an induction period at a close distance, determines a decrease in the filtration yield of the solution. *Conclusion.* Cotton soapstocks are valuable additives in the composition of drilling fluids to improve their operational properties. According to the limit values of the parameters, the reagents are arranged in the following series according to filtrate: fatty acid salts > emulal > soapstock > tar distillation of fatty-acids. At the same time, the parameters of the hydrophobic emulsion solution are always, except for GJC and FFA, where after the limit value of their quantities, the filtrate output increases, improves with the concentrations of reagents.

Keywords: oil, oil production, well drilling, process fluids, filter recoil, hydrophobic emulsion solutions, kinetic factor, surfactants, critical kinetics

*Bimbetova Gulmira
Zhankabylova*

*Candidate of Technical Sciences, Professor, E-mail:
gulmaz@mail.ru;*

Kembayev Aidos Ryspekovich

PhD doctoral student, E-mail: aidos_kem@mail.ru

*Botashev Yersultan
Turgimbekovich*

PhD; E-mail: ertash_777_91_@mail.ru

Citation: Bimbetova G.Zh., Kembayev A.R., Botashev E.T., Otarbayev N.Sh., Nadirova Zh.K., Tusupkaliev E.A., Maimekov Z.K., Sambaeva D.A. Production of drilling fluids based on cotton soapstocks (Review). *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 4(84), 85-93. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.42>

<i>Otarbayev Nurlybek Shrynbekovich</i>	PhD, e-mail: otarbaevn@mail.ru
<i>Nadirova Zhanna Kazimovna</i>	Candidate of technical sciences, associate professor of «Oil and Gas business» department, e-mail: zhanna.nadirova@inbox.ru
<i>Tusupkaliyev Ersin Adietovich</i>	Candidate of Chemical Sciences; e-mail: t_ersin@mail.ru
<i>Maymekov Zarlyk Kaparovich</i>	Doctor of technical sciences, professor, e-mail: zarlyk.maymekov@manas.edu.kg
<i>Sambaeva Damira Asanakunovna</i>	Doctor of technical sciences, professor, e-mail: dsambaeva@gmail.com

ПОЛУЧЕНИЕ БУРОВЫХ РАСТВОРОВ НА ОСНОВЕ ХЛОПКОВЫХ СОАПСТОКОВ

Бимбетова Г.Ж.¹, Кембаев А.Р.¹, Боташиев Е.Т.¹, Отарбаев Н.Ш.¹, Надирова Ж.К.¹, Тусупкалиев Е.А.^{2}, Маймеков З.К.³, Самбаева Д.А.⁴*

¹Южно-Казахстанский университет имени М.Ауэзова, Шымкент, Казахстан

²АО «Институт химических наук имени А.Б. Бектурова», Алматы, Казахстан

³Кыргызско-Турецкий Университет Манас, Бишкек, Кыргызстан

⁴Кыргызский Государственный Технический Университет имени И. Разакова, Бишкек, Кыргызстан

*E-mail: t_ersin@mail.ru

Резюме. *Введение.* Для эффективной добычи нефти необходимо обеспечить качественное бурение и вскрытие пластов. Многие задачи, возникающие при бурении, решаются при помощи технологических жидкостей. *Цель работы* – создание новых буровых растворов на основе вторичных ресурсов и некоторых поверхностно-активных веществ. Предложен состав нового бурового раствора для бурения горных пород. *Методы.* Одним из основных показателей гидрофобно-эмульсионных растворов является фильтратотдача. Эксплуатационные свойства фильтратотдачей гидрофобно-эмульсионных растворов несколько отличаются от других показателей. Это обусловлено тем, что при фильтрации гидрофобно-эмульсионных растворов пористой среде большое значение приобретает кинетический фактор, связанный со скоростью формирования фильтрационной корки. *Результаты и обсуждение.* Мгновенная фильтратотдача систем гидрофобно-эмульсионных растворов, стабилизированных поверхностно-активными веществами будет снижена за счет быстрого образования связанной фильтрационной корки при посредстве быстрых взаимодействий, которая впоследствии будет упрочняться медленными связями взаимодействия. Это образование комплексов с переносом заряда (КПЗ), электронные донорно-акцепторные (ЭДА) и долгоживущие свободные стабильные радикалы, водородная и ковалентная связь осуществляемые с индукционным периодом на близкой дистанции, что предопределяет снижение фильтроотдачи раствора.

Вывод. Хлопковые соапстоки являются ценными добавками к составам буровых растворов для улучшения их эксплуатационных характеристик. По предельным достигаемым значениям параметров реагенты располагаются в следующий ряд по фильтратотдаче: соли жирных кислот > эмультал > соапсток > гудрон дистилляции жирных кислот. При этом параметры гидрофобно-эмульсионного раствора во всех случаях, кроме гудрон дистилляции жирных кислот (ГДЖК) и соли жирных кислот (СЖК), где после предельного значения их количеств фильтратотдача возрастает, улучшаются с концентраций реагентов.

Ключевые слова: нефть, нефтедобыча, бурение скважин, технологические жидкости, фильтротдача, гидрофобно-эмульсионные растворы, кинетический фактор, поверхностно-активные вещества, критическая кинетика

Бимбетова Гульмира Жанкабыловна

Кандидат технических наук, профессор

Кембаев Айдос Рысбекович

Докторант

<i>Боташев Ерсұлтан Турғимбекович</i>	<i>PhD, доцент</i>
<i>Отарбаев Нурлыбек Шырынбекович</i>	<i>PhD, доцент</i>
<i>Надирова Жанна Казимовна</i>	<i>Кандидат технических наук, доцент</i>
<i>Тусупкалиев Ерсин Адиетович</i>	<i>Кандидат технических наук</i>
<i>Маймеков Зарлык Капарович</i>	<i>Доктор технических наук, профессор</i>
<i>Самбаева Дамира Асанакуновна</i>	<i>Доктор технических наук, профессор</i>

1. Введение

Сегодня развитие нефтегазового комплекса играет важную роль в экономике Республики Казахстан. Доходы от нефтегазовой отрасли являются основой всего бюджета страны. От работы предприятий нефтегазового комплекса зависит реализация государственных программ развития в масштабах как регионов, так и государства в целом [1].

В настоящее время более 55% запасов нефти переведены в разряд трудоемких, требующих трудоемкой разработки новых технологий и оборудования, больших финансовых и трудовых ресурсов. Ухудшение качества запасов привело к снижению средних дебитов эксплуатационных скважин. Только за последние 10-15 лет средние дебиты по разным оценкам сократились в 2-4 раза. Теперь, чтобы создать равные мощности по добыче нефти, необходимо пробурить до 4 скважин вместо одной. А если учесть, что более половины буровых установок было сокращено во время снижения цен на нефть, то становится ясно, что наблюдается сокращение возможностей для создания новых мощностей [2].

Для эффективной добычи нефти необходимо обеспечить качественное бурение и вскрытие пластов. Многие задачи, возникающие при бурении, решаются при помощи технологических жидкостей [3].

2. Цели и задачи

Высокая минерализация жидкой фазы буровых растворов приводит к потере ее коллоидной стабильности, что в свою очередь приводит к ряду осложнений и неблагоприятных последствий. Гидрофобно-эмульсионные растворы (ГЭР) могут обеспечить необходимое качество бурения и вскрытия, что позволяет полностью поддерживать проницаемость поверхностной зоны (ПЗП) пласта, предотвращать затвердевание и удержание колонн, обеспечивать стабильность стенок скважины и удаление шлама [4-6]. Однако использование гидрофобно-эмульсионных растворов связано с необходимостью решения специфических проблем данного типа дисперсных систем, в частности, при воздействии агрессивных факторов в скважине и обеспечении стабильности их свойств, к которым относятся: 1) потеря части дисперсионной среды при подаче фильтрата в скважину-граница пласта; 2) загрязнение пластовой водой и гидрофильной твердой фазой; 3) высокий и низкий уровень - все эти факторы способны в разной степени привести к потере агрегативной стабильности ГЭС и ее

функциональных возможностей, что приводит к серьезным авариям в скважине. Поэтому актуально создавать новые комплексные реагенты, обладающие улучшенными свойствами и позволяющие заменять сразу несколько специальных реагентов.

Необходимые свойства буровых растворов могут быть достигнуты в результате обработки промывочных жидкостей реагентами-стабилизаторами, структурообразователями и понизителями вязкости.

Методы. Одним из основных показателей гидрофобно-эмульсионных растворов является фильтратотдача. Физико-химические предпосылки управления фильтратотдачей ГЭР несколько отличаются от других показателей. Это обусловлено тем, что при фильтрации ГЭР в пористой среде большое значение приобретает кинетический фактор, связанный со скоростью формирования фильтрационной корки [7].

3. Результаты и их обсуждение

Мгновенная фильтратотдача систем ГЭР стабилизированных поверхностно-активными веществами будет снижена за счет быстрого образования связанной фильтрационной корки при посредстве быстрых взаимодействий, которая впоследствии будет упрочняться медленными связями взаимодействия. Это образование комплексов с переносом заряда (КПЗ), электронные донорно-акцепторные (ЭДА) и долгоживущие свободные стабильные радикалы, водородная и ковалентная связь осуществляемые с индукционным периодом на близкой дистанции, что предопределяет снижение фильтроотдачи раствора [8].

Зависимости относительной концентрации должны быть получены, когда количество и температура воды одинаковы, поскольку эти два фактора одинаково влияют на оптимальный состав поверхностно-активных веществ [9]. Поэтому сравниваем зависимость показателя фильтрации ГЭР от концентрации реагентов (рис.2).

На рисунке 1 показано, что на диаграмме есть особые точки возвышения, в которых достигаются указанные критические (оптимальные) концентрации реагентов (ККР). Критические концентрации, наблюдаемые индикатором выхода фильтрата: 6%, 2%, 4%, 2%.

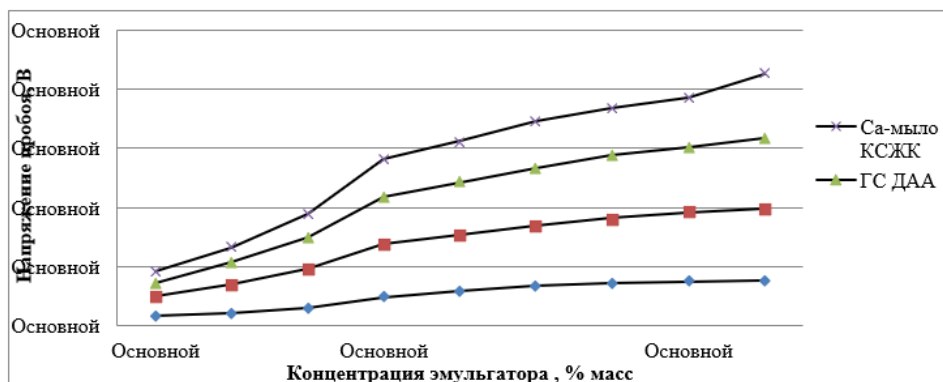


Рисунок 1 - Зависимость электрической стабильности ГЭР от их концентрации на основе различных ПАВ

По достигнутым предельным значениям параметров реагенты размещаются в следующем ряду по подаче фильтрата: соли жирных кислот (СЖК) >эмультал>соапсток> гудрон дистилляции жирных кислот (ГДЖК).

При этом параметры гидрофобно-эмульсионного раствора во всех случаях, кроме ГДЖК и СЖК, где после предельного значения 6% фильтратотдача возрастает, улучшаются с увеличением концентраций реагентов.

Полученные результаты хорошо согласуются с теоретическими предсказаниями, сделанными ранее. Низкие показатели свойств ГЭР на основе СЖК объясняются отсутствием ионных, поляризационных, индукционных и электронно-донорно-акцепторных (ЭДА) межмолекулярных взаимодействий в объеме среды, а значительные ККР-относительной малостью площадки адсорбции вследствие нормального к поверхности раздела фазположения молекул. Отсутствие электростатического отталкивания полярных групп и длинный алифатический радикал в этом случае определяют палочкообразный вид мицелл, который малоэффективен для структурообразования и снижения фильтратотдачи. С другой стороны карбоксильная полярная группа СЖК недостаточно сильна для длинного углеводородного радикала кислоты, что находит свое отражение в низкой электростабильности.

Крепкое омыление СЖК позволяет улучшить результаты, что объясняется ион-дипольными взаимодействиями полярных групп мыла, а также усилением водородных связей молекул гидратной воды, с одной стороны, с самим катионом (вплоть до ковалентного взаимодействия), с другой стороны, кислородом анионной части молекулы, поляризованной тем же катионом. Работа адсорбции при омылении ПАВ повышается за счет большей энтальпии перехода полярной группы в воду, что способствует выравниванию ГЛБ, увеличению работы адсорбции, т.е. электростабильности. На рисунке 2 видно, что за счет взаимодействия

полярных групп ПАВ уменьшается ККР и изменяется строение мицелл, которые приобретают форму пространственно переплетенного каркаса волокон мыла, что способствует снижению фильтратотдачи ГЭР.

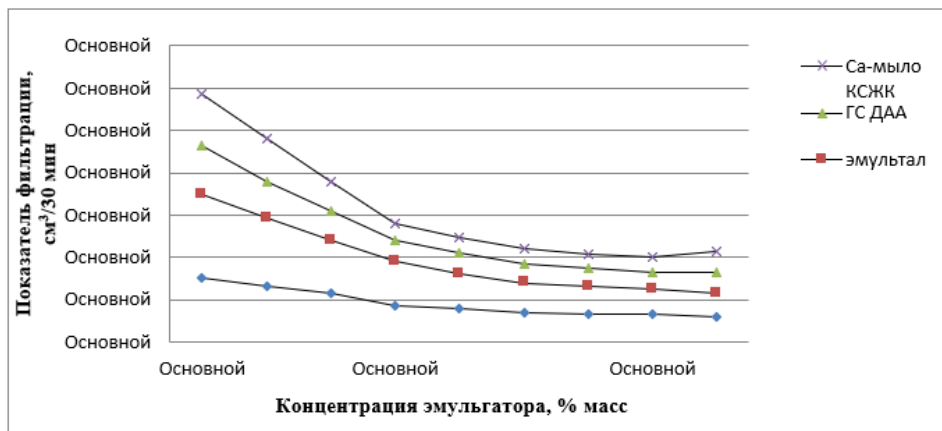


Рисунок 2 - Зависимость показателя фильтрации ГЭР на основе различных ПАВ от их концентрации.

В случаях ГДЖК и Са - мыла действуют исключительно быстрые межмолекулярные взаимодействия и для них справедливо утверждение - увеличение степени ионности ПАВ, способствует повышению низкотемпературных параметров ГЭР в статических и динамических условиях. Теперь оценим поведение ПАВ, образующего медленный тип связей - эмультала. Как и предполагалось, сочетание в молекуле эмультала сложноэфирной гидроксильной и имидной групп, способных к взаимной поляризации ЭДА взаимодействиям, определяет более высокую электростабильность ГЭР. Локализация полярных групп в молекуле эмультала обуславливает их объединение в качестве ее полярной части с соответственным увеличением работы и площадки адсорбции ПАВ. В то же время, если в условиях конденсированного адсорбционного слоя медленные взаимодействия эффективно реализуются, то в объеме среды молекулы эмультала, имеющие самый короткий алифатический радикал C_{17-22} и не взаимодействующие с полярными группами электростатически, не склонны к агрегации вплоть до концентрации 8%, что находит свое отражение в крайне высокой фильтратотдаче ГЭР на его основе.

Выше было сделано предположение о перспективности совмещения в составе реагентов комплексного действия, способных к образованию обоих типов связей, что реализовано в случае ГДЖК. Как видно из рисунков 1 и 2, параметры ГЭР на основе соапстока действительно сравнительно высокие. Единственным исключением является несколько более высокая электростабильность эмультала при концентрациях реагентов 6%, что вполне вписывается в общую картину, так как это следствие его более

сильных полярных групп. Таким образом, результаты экспериментальных исследований в целом подтверждают разработанную схему управления свойствами ГЭР.

ГЭР должен включать полярные группы с большим силовым полем, чем основной эмульгатор системы, либо иметь углеводородный радикал со значительным перевесом гидрофильно-липофильного баланса (ГЛБ) в сторону липофильности. При этом предпочтительны разветвленные углеводородные цепи и низкая их пространственная локализация. Особенно эффективна комбинация в молекуле структурообразователя высокомолекулярных углеводородных цепей, содержащих несколько эфирных групп оксиэтильных (оксипропильных) радикалов разбросанных по длине цепи, или сложноэфирную группу в их середине.

4. Заключение

Таким образом, хлопковые соапстоки являются ценными добавками к составам буровых растворов для улучшения их эксплуатационных характеристик. По предельным достигаемым значениям параметров реагенты располагаются в следующий ряд по фильтратотдаче: соли жирных кислот > эмультал > соапсток > гудрон дистилляции жирных кислот. При этом параметры гидрофобно-эмульсионного раствора во всех случаях, кроме ГДЖК и СЖК, где после предельного значения их количества фильтратотдача возрастает, улучшаются с концентрацией реагентов.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов между авторами, которые требуют раскрытия информации в этой статье.

МАҚТА СОАПСТОГЫ НЕГІЗІНДІ БҰРҒЫЛАУ ЕРІТІНДІЛЕРІН АЛУ

Бимбетова Г.Ж.¹, Кембаев А.Р.¹, Ботаишев Е.Т.¹, Отарбаев Н.Ш.¹, Надинова Ж.К.¹, Тусупкалиев Е.А.^{2}, Маймеков З.К.³, Самбаева Д.А.⁴*

¹М. Әуезов атындағы Оңтүстік Қазақстан университеті, Шымкент, Қазақстан

²«А.Б. Бектұров атындағы Химия ғылымдары институты» АҚ, Алматы, Қазақстан

³Қырғыз-түрік «Манас» университеті, Бішкек, Қырғызстан

⁴И. Разакова атындағы Қырғыз мемлекеттік техникалық университеті, Бішкек, Қырғызстан

*E-mail: t_ersin@mail.ru

Түйіндеме. *Кіріспе.* Мұнайды тиімді өндіру үшін сапалы бұрғылау мен қабаттарды ашуды қамтамасыз ету керек. Бұрғылау кезінде туындайтын көптеген мәселелер технологиялық сұйықтықтардың көмегімен шешіледі. *Жұмыстың мақсаты* – екіншілік ресурстар мен бірқатар беттік –активті заттар негізінде жаңа бұрғылау ерітінділерін алу. Тау жыныстарын бұрғылауға арналған жаңа бұрғылау ерітіндісінің құрамы ұсынылды. *Әдістері.* Гидрофобты-эмульсиялық ерітінділердің негізгі көрсеткіштерінің бірі-фильтраттың берілуі. Гидрофобты-эмульсиялық ерітінділердің фильтраттарының эксплуатациялық қасиеттері басқа көрсеткіштердің шамаларынан біршама ерекшеленеді. Бұл кеуекті ортада гидрофобты-эмульсиялық ерітінділерді фильтрлеу кезінде фильтрлік қыртыстың қалыптасу жылдамдығына байланысты кинетикалық фактор үлкен мәнге ие болатындығына негізделген. *Нәтижелер және талқылау.* Беттік-активті заттармен тұрақтандырылған гидрофобты-эмульсиялық ерітінді жүйелерінің тез фильтрат бөлуі өзара

жылдам әрекеттесу арқылы байланысқан сүзгі қыртысының лезде түзілуі арқылы төмендейді, содан соң баяу өзара әрекеттесу байланыстарымен күшейтіледі. Бұл зарядты тасымалдау кешендерінің (ЗТК) түзілуі, электронды донорлы-акцепторлық (ЭДА) және ұзақ өмір сүретін бос тұрақты радикалдар, ерітіндінің фильтрат беруін төмендеуін алдын-ала анықтайтын, жақын қашықтықта индукциялық кезеңмен орындалатын сутектік және коваленттік байланыс. *Қорытынды.* Бұрғылау ерітінділерінің пайдалану сипаттамаларын жақсарту үшін ерітінді құрамына макта саапстогын қосу құнды қоспа болып табылды. Алынған параметрлердің шекті мәндері бойынша реагенттер фильтрат беру бойынша келесі қатарда орналасады: май қышқылдарының тұздары > эмультал > саапсток > май қышқылдарын айдау гудроны. Бұл ретте гидрофобты-эмульсиялық ерітіндінің параметрлері май қышқылдары дистилляттарының гудронынан және май қышқылдарының тұздарынан басқа барлық жағдайларда, қоспа мөлшерінің шекті мәнінен кейін фильтрат беру артып, реагенттердің концентрациясы жақсарды.

Түйінді сөздер: мұнай, мұнай өндіру, ұңғымаларды бұрғылау, технологиялық сұйықтықтар, фильтрат бергіштік, гидрофобты-эмульсиялық ерітінділер, кинетикалық фактор, беттік-активті заттар, критикалық кинетика

Бимбетова Гүлмира Жанкабыловна	<i>Техника ғылымдарының кандидаты, профессор</i>
Кембаев Айдос Рысбекұлы	<i>докторант</i>
Боташев Ерсұлтан Тургимбекович	<i>PhD, доцент</i>
Отарбаев Нурлыбек Шырынбекович	<i>PhD, доцент</i>
Надирова Жанна Казимовна	<i>Техника ғылымдарының кандидаты, доцент</i>
Тусупқалиев Ерсін Адиевич	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
Маймеков Зарлык Капарович	<i>Техника ғылымдарының докторы, профессор</i>
Самбаевой Дамиры Асанақуновны	<i>Техника ғылымдарының докторы, профессор</i>

Список литературы

- 1.Измагамбетова Д. З. Современное состояние нефтегазовой отрасли в Республике Казахстан. *Молодой ученый*, **2018**, 39, 72-75. <https://moluch.ru/archive/225/52924/> (дата обращения: 13.10.2023).
- 2.Лысенко В.Д., Грайфер В.И. Разработка малопродуктивных нефтяных месторождений. *Недра - Бизнесцентр*, **2001**, 284 с. <https://www.geokniga.org/books/4761> (дата обращения: 13.10.2023).
- 3.Исламов Х.М. Регулирование содержания и состава твердой фазы в буровом растворе. *Нефть и газ*, **2018**, №1. (дата обращения: 13.10.2023) https://www.nauka.kz/page.php?page_id=794&lang=1&page=2419
- 4.Уляшева Н. М., Михеев М. А., Дуркин В. В. Технология буровых растворов. *Учеб.-метод. пособие*. Ухта: УГТУ, **2019**, 112 с. (дата обращения: 13.10.2023). <https://www.geokniga.org/bookfiles/geokniga-tehnologiya-burovyh-rastvorov.pdf>
- 5.Чихоткин, В. Ф. Буровой раствор и управление его реологическими свойствами при бурении скважин в осложненных условиях. *Бурение и нефть*, **2007**, № 7-8, 58-60.
- 6.Шарафутдинова, Р. З. Бурение в глинах и гидратная стабилизация её состояния при строительстве скважин. *Строительство нефтяных и газовых скважин на суше и на море*, **2007**, № 2, 26-31.
- 7.Методика контроля параметров буровых растворов РД 39-2-645-81. https://znaytovar.ru/gost/2/RD_39264581_Metodika_kontrolya.html (дата обращения: 13.10.2023).
- 8.Coleen T. Nemes, Croix J. Laconsaya, John Morrison Galbraith. *Hydrogen bonding from a valence bond theory perspective: the role of covalency*. *Physical Chemistry Chemical Physics*. **2018**, 20, 20963-20969. DOI: <https://doi.org/10.1039/C8CP03920H>

9. Надиров К.С., Бимбетова Г.Ж., Акберды С.Ж. Использование насыщенных карбоновых кислот и их производных в рецептуре буровых промывочных жидкостей. *Вестник науки Южного Казахстана*, **2018**, №4, 40-44. <https://elibrary.ru/item.asp?id=42330383> (дата обращения: 13.10.2023).

References

1. Izmagambetova D. Z. The current state of the oil and gas industry in the Republic of Kazakhstan. *Young Scientist*, **2018**, 39, 72-75. <https://moluch.ru/archive/225/52924/> / (accessed on 3 October 2023).
2. Lysenko V.D., Greifer V.I. Development of unproductive oil fields. *Nedra-Business Center*, **2001**, 284 p. <https://www.geokniga.org/books/4761> (accessed on 3 October 2023).
3. Islamov H.M. Regulation of the content and composition of the solid phase in the drilling fluid. *Oil and Gas*, **2018**, No.1. https://www.nauka.kz/page.php?page_id=794&lang=1&page=2419 (accessed on 03.10.2023).
4. Ulyasheva N. M., Mikheev M. A., Durkin V. V. Technology of drilling fluids. *Study-method. stipend. Ukhta: UGTU*, **2019**, 112 p. <https://www.geokniga.org/bookfiles/geokniga-tehnologiya-burovyh-rastvorov.pdf> (accessed on 3 October 2023).
5. Chikhotkin, V. F. Drilling mud and management of its rheological properties when drilling wells in complicated conditions. *Drilling and oil*, **2007**, No 7-8, 58-60.
6. Sharafutdinova, R. Z. Drilling in clays and hydrate stabilization of its condition during the construction of wells. *Construction of oil and gas wells on land and at sea*, **2007**, 2, 26-31.
7. Methodology for monitoring parameters of drilling fluids RD 39-2-645-81. https://znaytovar.ru/gost/2/RD_39264581_Metodika_kontrolya.html (accessed on 3 October 2023).
8. Coleen T. Nemes, Croix J. Laconsaya, John Morrison Galbraith. Hydrogen bonding from a valence bond theory perspective: the role of covalency. *Physical Chemistry Chemical Physics*. **2018**, 20, 20963-20969. DOI: <https://doi.org/10.1039/C8CP03920H>
9. Nadirov K.S., Bimbetova G.Zh., Akberdy S.Zh. The use of saturated carboxylic acids and their derivatives in the formulation of drilling washing fluids. *Bulletin of Science of Southern Kazakhstan*, **2018**, No. 4, 40-44. <https://elibrary.ru/item.asp?id=42330383> (accessed on 3 October 2023).

DETERMINATION OF HIGHER FATTY ACIDS IN THE COMPOSITION OF URTICA DIOICA LEAVES

Sh.Zh. Balkashbay^{1*}, G. E. Azimbayeva¹, D.Sh. Aytbay¹, M.B. Akhtayeva²

¹Kazakh national women's teacher training university, Almaty, Kazakhstan

²Abai Kazakh National Pedagogical University

*E-mail: synarbalkasbaj@gmail.com

Abstract: *Introduction.* Urtica dioica is a tall perennial plant with an unbranched stem and large simple serrated leaves. Urtica is widespread in many parts of the globe. Including in North Africa, in some regions of Asia, Europe and North America. Urtica contains many biologically active substances, such as flavonoids, carotenoids, phenolic compounds, vitamins and minerals, which have a beneficial effect on the human body. Due to its antioxidant, anti-inflammatory and antibacterial properties, it is used in medicine and cosmetology. Currently, urtica dioica is widely used by traditional medicines. *The purpose of the study.* Determination of the upper fatty acids contained in the leaves of dioecious nettle. *The research method.* A gas-liquid chromatograph "Crystallux-4000 M" with a mass spectrum detector of the PIT and MS 7-800 brands was used. *The object of the study* was a dioecious nettle, collected in 2021 from Mount Medeu, Almaty. The study showed that the leaves of the dioecious nettle contain 8 fatty acids. The most common in the leaves of urtica dioica are methyl butyrate, methyl hexanoate. *The conclusion of the study.* High fatty acids in the composition of dicotyledonous nettle leaves were detected in a gas-liquid chromatograph "Kristallux-4000 M" with a mass spectrum detector of the PID brand and "MS7-800". As a result, 8 fatty acids with a high content were found in the dioecious nettle leaf. Of these, methylbutyrate and methylhexanoate are found in the largest amounts.

Keywords: higher fatty acids, urtica dioica, gas chromatography-mass spectrometry, methylbutyrate, methylhexanoate

<i>Balkashbay Shynar Jasulankyzy</i>	<i>First-year master's student,</i>	<i>e-mail:</i>
	synarbalkasbaj@gmail.com	
<i>Azimbaeva Gulbaira Eralievna</i>	<i>Candidate of Sciences, Acting Professor,</i>	<i>e-mail:</i>
	Gulbayra60@gmail.com	
<i>Aytbay Dinara Sharapkhankyzy</i>	<i>Bachelor, e-mail:</i>	dinara.aitbaeva1999@mail.ru
<i>Akhtayeva Marzhan Bakhitovna</i>	<i>Doctoral student, Chemistry teacher,</i>	<i>e-mail:</i>
	Aktaeva.marzhan@mail.ru	

Citation: Balkashbay Sh.Zh., Azimbayeva G. E., Aytbay D.Sh., Akhtayeva M.B. Determination of higher fatty acids in the composition of urtica dioica leaves. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 4(84), 94-100. DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.43>

1. Introduction

Urtica dioica is a tall perennial plant with an unbranched stem and large simple serrated leaves [1]. *Urtica* is widespread in many parts of the globe. Including in North Africa, in some regions of Asia, Europe and North America [2].

Currently, *urtica dioica* is widely used by traditional medicines to treat various diseases such as nephritis, hematuria, jaundice, menorrhagia, arthritis and rheumatism. Thanks to phytochemical studies, it was found that *urtica dioica* contains many valuable chemical compounds, such as phytosterols, saponins, flavonoids, tannins, proteins and amino acids. In addition, nettle contains a significant amount of biologically active compounds. For example, the leaves are rich in terpenoids, carotenoids, fatty acids, as well as various essential amino acids, chlorophyll, vitamins, carbohydrates, polysaccharides, minerals and polyphenols, and the roots contain oleanolic acid, sterols and sterile glycosides [3]. Ointments for hands and hair can be obtained from nettle and other plant extracts. Ointments containing nettle extract are used to strengthen the hair roots, giving them shine [4].

As a result of the spectrophotometric quantitative determination of Ioana Nancy, Laurian Vleis and Viorika Istudor, it was found that dicotyledonous nettle leaves have a predominant content of phenolic carboxylic acids, a low content of flavonoids, and a smaller amount of carotenoids than other biologically active substances [5].

Iranian researchers Jinous Asgharpan and Razia Mohajerani found that *urtica dioica* has pharmacological functions, including anti-inflammatory, analgesic, antiandrogenic, antihyperglycemic, antihyperlipidemic, antiviral and antitumor activity [6].

Polish scientists Dorota Kregel, Evelina Pawlikowska and Hubert Antolak have shown that all parts of nettle have antioxidant, antimicrobial and beneficial properties. Most *urtica dioica* preparations are made from flowers, stems and leaves, and the roots are used in pharmacology. This valuable plant is often used as a diuretic and for the treatment of muscle pain, eczema, gout and anemia. Nettle can be used as an ingredient in vegetables, juices, tea and many dishes [7].

2. Experimental part

Urtica dioica from Medeu Mountain, Almaty was taken as the object of the study. The plants were dried at room temperature for 1-2 weeks. Then the dried leaves of the plants were crushed.

The course of work: take 5 g of the prepared sample and place it in a small glass beaker with the addition of 10 ml of H_2SO_4 -n and heat it in a water heater until the sample dissolves with continuous stirring. The course of work: 5 g of the prepared sample is placed in a small glass beaker and heated until the sample dissolves, stirring continuously in a water heater with the addition of 10 ml of

sulfuric acid. After the sample is dissolved, the liquid is transferred through the filter to a clean oil dipstick so that the upper part remains dry. The glass and filter are washed several times with sulfuric acid, after which the oil is poured into a measuring cup. Next, isoamyl alcohol (1 ml) is poured and sulfuric acid is poured in such a volume, without bringing it up to 1 cm above the oil meter. Then pre-hold with a towel, clean with filter paper and fix the oil gauge with a dry rubber stopper. The oil prepared in the same way is kept in a water heater at a temperature of 65-70 ° C for 5 minutes until the sample is completely dissolved. Then it is centralized. The centrifuge places an even number of pressure gauges in the opposite direction and centrifuges at a speed of 5 minutes 1000 months/min. After stopping in the centerfuge, we take out the oil meter and lower it down, adjusting the liquid level in the oil meter so that the oil column coincides with the scale, and then we measure the oil. The oil holds the pressure gauge vertically and measures. The upper fat scale should be at eye level. Moving the plug up and down, count the pieces from the scale of the oil meter to the bottom point and measure the resulting oil. The upper limit of fat should be at eye level. Moving the plug up and down, measure the oil, counting the parts from the scale of the oil meter to the bottom point.

The amount of fat (g) is calculated by the formula:

$$X=a \cdot 0.0113c / g \quad (1)$$

Carrying out measurements.

The chromatograph establishes the following conditions for the analysis of oils that do not contain low molecular weight acids (except coconut oils);

- temperature of the column thermostat- 180-190°C;
- evaporator temperature-250°C;
- detector furnace temperature-200°C;
- gas carrier flow rate (nitrogen, argon, helium) - 30-40 cm/ min;
- sample volume - methyl (ethyl) esters of acids in hexane 1 mm³;
- The release time of methyloleate is no more than 15 minutes.

The calculation of the content of methyl (ethyl) esters of fatty acids is carried out by internal oxidation. S₁, the vertex area of the component, mm², is calculated by the formula:

$$S_1 = h_1 \cdot a_1 \quad (2)$$

a₁ is the width measured by half the height, mm².

The result of measuring the height of the vertex is written in integers, the width of the vertex is written down to the first decimal place [8].

3. Results and discussion.

Humidity and ash content of raw materials were determined by gravimetric method. Humidity was 15.00%, ash 8.00%. The reason for the high ash content of raw materials.

Table 1 - The content of higher fatty acids in the leaves of *urtica dioica*

№	Component	Square , %	Concentration , % mac.	General formula
1	Methyl Butyrate	49.2640	3.685467	C ₅ H ₁₀ O ₂
2	Methyl Hexanoate	45.9080	152.695639	C ₇ H ₂₄ O ₂
3	Methyl Undecanoate	0.0229	0.001177	C ₁₂ H ₂₄ O ₂
4	Methyl Laurate	0.0414	0.003877	C ₁₃ H ₂₆ O ₂
5	Methyl Palmitate	0.0553	0.013808	C ₁₇ H ₃₄ O ₂
6	Cis-11,14 - Eicosadienoic acid methyl ester	2.2113	0.176407	C ₂₁ H ₃₈ O ₂
7	Cis-13,16- Docosadienoic acid methyl ester	0.1626	0.011754	C ₂₃ H ₄₂ O ₂
8	Methyl Erucate	2.1510	0.115721	C ₂₃ H ₄₄ O ₂

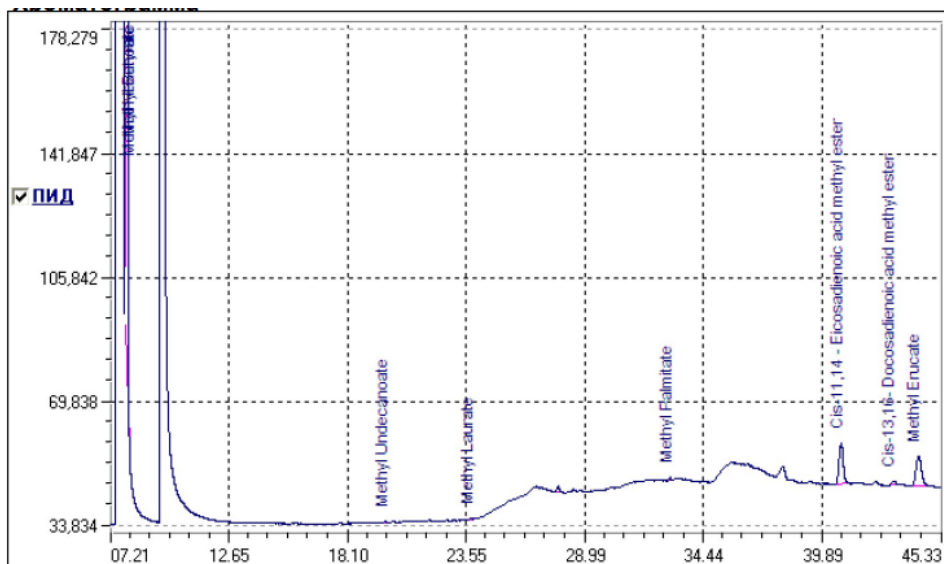


Figure 1 - Chromatogram of higher fatty acids contained in the leaves of *urtica dioica*.

According to table 1 and figure 1, the leaves of *urtica dioica* contain 8 fatty acids. These are: methyl butyrate, methyl hexanoate, methyl undecanoate, methyl laurate, methyl palmitate, methyl ester of cis-11,14 - eicosadienoic acid, methyl ester of cis-13,16 - docosadienoic acid, methyl erucate.

A fatty acid is a saturated or unsaturated carboxylic acid with a long aliphatic chain. Most fatty acids have a straight chain with an even number of carbon atoms occurring in nature, from 4 to 28. Fatty acids are the main component of lipids (up to 70%) [9].

Methyl butyrate is also known by the names: methyl butanoate, methyl ester butanoic acid, methyl ester fatty acid. Methyl butyrate, like other esters, has a characteristic pleasant smell and taste. Because of this feature, methyl butyrate is used in the food and perfume industry as an additive.

Methyl butyrate is the main enzyme that kills bacteria in the stomach and intestinal tract. It promotes bone growth, acts against colds and throat diseases and prevents colon cancer [10].

Methylhexanoate is a colorless liquid. It also has the names methyl capronate, methyl ester of hexanoic acid, methyl ester of nylon acid. The general formula is $C_7H_{14}O_2$. Molar mass 130 g / mol. Methylhexanoate is produced in large quantities for use as a flavoring agent and is flammable [11].

4. Conclusion

High fatty acids in the composition of dicotyledonous nettle leaves were detected in a gas-liquid chromatograph "Crystallux-4000 M" with a mass spectrum detector of the PID brand and "MS7-800". As a result, 8 fatty acids with a high content were found in the dioecious nettle leaf. These are: methyl butyrate, methyl hexanoate, methyl undecanoate, methyl laurate, methyl palmitate, methyl ester of cis-11,14 - eicosadienoic acid, methyl ester of cis-13,16 - docosadienoic acid, methyl erucate.

Methyl butyrate, like other esters, has a characteristic pleasant smell and taste. Because of this feature, methyl butyrate is used in the food and perfume industry as an additive. Methyl butyrate is the main enzyme that kills bacteria in the stomach and intestinal tract. It promotes bone growth, acts against colds and throat diseases and prevents colon cancer.

Methylhexanoate is a colorless liquid. It also has the names methyl capronate, methyl ester of hexanoic acid, methyl ester of nylon acid. Methylhexanoate is produced in large quantities for use as a flavoring agent and is highly flammable.

Conflict of Interests: The authors declare no conflict of interests

ҚОСҮЙЛІ ҚАЛАҚАЙ ЖАПЫРАҒЫНЫҢ ҚҰРАМЫНДАҒЫ ЖОҒАРЫ МАЙ ҚЫШҚЫЛДАРЫН АНЫҚТАУ

Ш.Ж. Балқашбай^{1}, Г. Е. Азимбаева¹, Д.Ш. Айтбай¹, М. Б. Ахтаева²*

¹Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан

²Абай атындағы Қазақ ұлттық педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан

*E-mail: synarbalkasbaj@gmail.com

Түйіндеме. *Kipicne.* Қосүйлі қалақай-бұтақсыз сабағы және үлкен, қарапайым, ара тісті жапырақтары бар биік көпжылдық өсімдік. Қалақай жер шарының көптеген бөліктерінде кең таралған. Соның ішінде Солтүстік Африкада, Азияның, Еуропаның және Солтүстік Американың кейбір аймақтарында көп кездеседі. Қалақай қарапайым бақтардан бастап ормандар мен шабындықтарға дейін кез келген жерде өсе алады. Қалақай ылғалды топырақты жақсы көреді және күн шуақты және кішкене көлеңкеде де өсе алады. Ол өзен су қоймаларындағы беткейлер мен шет жағындағы топырақты қорғау үшін де қолдануға болады, себебі қалақай тамыры топырақты нығыз ұстайды. Оның құрамында адам ағзасына пайдалы әсер ететін флавоноидтар, каротиноидтар, фенолды қосылыстар, дәрумендер мен минералдар сияқты көптеген биологиялық белсенді заттар бар. Оның антиоксидантты, қабынуға және бактерияға қарсы қасиеттеріне байланысты медицинада және косметологияда қолданады. *Зерттеудің мақсаты.* Қосүйлі қалақай өсімдігінің жапырағының құрамындағы жоғарғы май қышқылдарын анықтау. *Зерттеу әдісі.* ПИД және "MS7-800" маркалы масс-спектр детекторы бар "Кристаллокс-4000 М" газды-сұйық хроматографы қолданылды. *Зерттеу нысаны* ретінде Алматы қаласы, Медеу тауынан 2021 жылы жиналған қосүйлі қалақай өсімдігі алынды. *Зерттеу нәтижесінде* қосүйлі қалақай өсімдігінің жапырағында 8 жоғары май қышқылдары бар. Қосүйлі қалақай өсімдігінің жапырақтарында ең көп кездесетіні - метил бутират, метил гексаноат. *Зерттеу қорытындысы.* Қосүйлі қалақай жапырағының құрамындағы жоғары май қышқылдары ПИД және "MS7-800" маркалы масс-спектр детекторы бар "Кристаллокс-4000 М" газды-сұйық хроматографында анықталды. Нәтижесінде қосүйлі қалақай жапырағында 8 жоғары май қышқылдары анықталды. Олар: метил бутират, метил гексаноат, метил ундеканоат, метил лаурат, метил пальмитат, цис-11,14 - эйкозодиен қышқылының метил эфирі, цис-13,16 - докозодиен қышқылының метил эфирі, метил эрукат.

Түйінді сөздер: жоғары май қышқылдары, қосүйлі қалақай, газды хромато-масс-спектрометрия, метилбутират, метилгексаноат

<i>Балқашбай Шынар Жасұланқызы</i>	<i>2-курс магистранты</i>
<i>Азимбаева Гүлбайра Ералиевна</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты, профессордың м. а.</i>
<i>Айтбай Динара Шарапханқызы</i>	<i>Бакалавр</i>
<i>Ахтаева Маржан Бахитов</i>	<i>Докторант, Химия пәнінің оқытушысы</i>

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЫСШИХ ЖИРНЫХ КИСЛОТ В СОСТАВЕ ЛИСТЬЕВ КРАПИВЫ ДВУДОМНОЙ

Ш. Ж. Балқашбай¹, Г. Е. Азимбаева¹, Д.Ш. Айтбай¹, М. Б. Ахтаева²

¹Казахский национальный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан

²Казахский национальный педагогический университет имени Абая, Алматы, Казахстан

*E-mail: synarbalkasbaj@gmail.com

Резюме. *Введение.* Двудомная крапива – это высокое многолетнее растение с неразветвленным стеблем и большими простыми зубчатыми листьями. Крапива широко распространена во многих частях земного шара. В том числе в Северной Африке, в некоторых регионах Азии, Европы и Северной Америки. Крапива может расти где угодно, от простых садов до лесов и лугов. Крапива предпочитает влажную почву и может расти как на солнце, так и в небольшой тени. Его также можно использовать для защиты склонов и почвы на окраинах речных водоемов, потому что корни крапивы сохраняют почву плотной. Он содержит множество биологически активных веществ, таких как флавоноиды, каротиноиды, фенольные соединения, витамины и минералы, которые благотворно влияют на организм человека. Благодаря своим антиоксидантным, противовоспалительным и антибактериальным свойствам он используется в медицине и косметологии. В настоящее время крапива широко используется традиционной медициной. Благодаря биохимическим исследованиям было установлено, что крапива содержит много ценных химических соединений, таких как фитостеролы, сапонины, флавоноиды, дубильные вещества,

белки и аминокислоты. *Цель исследования.* Определение верхних жирных кислот, содержащихся в листьях двудомной крапивы. *Метод исследования.* Применен газо-жидкий хроматограф «Кристаллюкс-4000 М» с детектором масс-спектра марки ПИД и «MS7-800». *Объектом исследования* стала двудомная крапива двудомная, собранная в 2021 году с горы Медеу, г. Алматы. Исследование показало, что листья двудомной крапивы содержат 8 жирных кислот. Наиболее распространенными в листьях двудомной крапивы являются метилбутират, метилгексаноат. *Вывод исследования.* Высокие жирные кислоты в составе двудольных листьев крапивы выявлены в газо-жидкостном хроматографе «Кристаллюкс-4000 М» с детектором масс-спектра марки ПИД и «MS7-800». В результате в двудомном листе крапивы было обнаружено 8 жирных кислот с высоким содержанием.

Ключевые слова: высшие жирные кислоты, двудомная крапива, газовая хромато-масс-спектрометрия, метилбутират, метилгексаноат

<i>Балкашбай Шынар Жасулановна</i>	<i>Магистрант 2-курса</i>
<i>Азимбаева Гүлбайра Ералиевна</i>	<i>Кандидат химических наук, и.о. профессора</i>
<i>Айтбай Динара Шарпахановна</i>	<i>Бакалавр</i>
<i>Ахтаева Маржан Бахитовна</i>	<i>Докторант, преподаватель по химии</i>

References

- 1 Демьянова, Е.И. Ботаническое ресурсосведение: учеб. пособие по спецкурсу / Е.И. Демьянова; Перм. гос. ун-т. – Пермь, **2007**. – 21 с.
- 2 Becker, K.; Grosse-Feldmann, B.; Weigend, M. Weeding the nettles V: Taxonomic and phylogenetic studies of the eastern Asian species *Urtica thunbergiana* Sieb. & Zucc. (Urticaceae). *Phytotaxa* **2017**, 323, p. 201–216
- 3 Dorota Kregiel, Ewelina Pawlikowska and Hubert Antolak "Ordinary Plants with Extraordinary Properties" **2018**, p. 29-41
- 4 Ioana Nencu, Laurian Vlase, Viorica Istudor, Tamas Mircea "Preliminary research regarding *urtica urens* l. And *urtica dioica* l." **2013**, p. 713
- 5 Bhuwan Chandra Joshi, Minky Mukhija, Ajudhia Nath Kalia, Department of Pharmacognosy, Indo-Soviet-Friendship College of Pharmacy Moga, Punjab, India, "Pharmacognostical review of *Urtica dioica* L." **2014**, p. 206-207
- 6 Journal of Medicinal Plants Research Vol. 6(46), pp. 5714-5719, 3 December, 2012 Available online at [http://www.academicjournals.org/JMPRDOI: 5897/JMPR12.540](http://www.academicjournals.org/JMPRDOI:5897/JMPR12.540) ISSN 1996-0875 , **2012** Academic Journals
- 7 Mohamed Bnouham, Fatima-Zahra Merhfour, Abderrahim Ziyat, Hassane Mekhfi, Mohammed Aziz, Abdelkhalq Legssyer «Antihyperglycemic activity of the aqueous extract of *Urtica dioica*» **2003**, p. 248
- 8 ГОСТ 30623-98, Межгосударственный стандарт, масла растительные и маргариновая продукция, Метод обнаружения фальсификации, Vegetable oils and margarine. Detection of falsification, **1996**
- 9 Clément, M., Tremblay, J., Lange, M., et al. Whey-derived free fatty acids suppress the germination of *Candida albicans* in vitro // *FEMS Yeast Res.* 7(2), p. 276-285 (**2007**)
- 10 Паспорт безопасности в соотв. с ГОСТ 30333-2007, Метилловый эфир масляной кислоты ROTICHROM® GC, 5186, 623-42-7, 16.11.2016.
- 11 8.20638, Methyl hexanoate for synthesis, CAS Number:106-70-7, MDL number: MFCD00009510, EC Index Number: 203-425-1

CURRENT STATE OF THE METHODS FOR DETERMINING THE ADHESIVE AND COHESIVE PROPERTIES OF ROAD BITUMEN

A.N. Dyuryagina, A.I. Degert, A.A. Lutsenko, T.V. Shirina

JSC “M. Kozybayev North Kazakhstan University”

Petropavlovsk, Kazakhstan

**E-mail: adyuryagina@inbox.ru*

Abstract. *Introduction.* The sphere of transport infrastructure is developing rapidly, which underlines the importance of stable properties of bitumen in the construction of road surfaces. A necessary condition for improving the quality of the bitumen binder is its high adhesion to the surface of the mineral filler. The adhesion of bitumen with mineral filler is an important indicator that characterizes the quality of the asphalt concrete mixture, the performance characteristics of the asphalt concrete coating and its resistance to damage. An adequate assessment of these characteristics becomes a key factor in ensuring the durability and reliability of road surfaces. The article analyzes the current state of methods for determining the adhesive and cohesive characteristics of bitumen and mineral filler. *The aim* of the work is a thorough analysis of various methods used to evaluate the adhesive and cohesive properties of bitumen, with subsequent identification of their advantages and disadvantages. An overview of both traditional and modern approaches used to determine these characteristics is given to better understand the structure and behavior of bituminous materials. *Conclusion.* The article emphasizes the need for further research and development in the field of methods for determining the adhesive and cohesive properties of bitumen, considering modern requirements for road infrastructure. It is necessary to develop scientific and practical approaches to improving existing regulatory documents considering the characteristics of bituminous materials. It can be concluded that it is necessary to develop new accurate reproducible methods using computer technologies that automate data collection and processing and reduce the likelihood of errors.

Keywords: asphalt concrete, bitumen-aggregate adhesion, adhesion, cohesion, surfactants, dispersed particles, adsorption, adhesion promoters, adhesion testing methods

Dyuryagina Antonina Nikolayevna

Candidate of chemical sciences, Associate

Professor, e-mail: adyuryagina@inbox.ru

Degert Alyona Ivanovna

Master, PhD student, e-mail: helena.dgrt@bk.ru

Lutsenko Aida Alexandrovna

PhD, e-mail: l-a.13@mail.ru

Shirina Tatyana Valeryevna

Master, e-mail: tshirina@internet.ru

Citation: Dyuryagina A.N., Degert A.I., Lutsenko A.A., Shirina T.V. Current state of the methods for determining the adhesive and cohesive properties of road bitumen. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 4(84), 101-117. DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.44>

1. Introduction

The quality of the road surface has a significant impact on the infrastructure and society. The degree of development of road transport at the current time is associated with a continuous increase in the proportion of cargo transportation, the intensity of vehicle traffic, which leads to an increase in dynamic loads on the road surface. Intensive workload has a direct impact on the untimely destruction of road surfaces, caused by rapid deterioration and the formation of cracks and voids on the asphalt concrete surface. The combination of these factors determines the necessity to improve the quality of asphalt concrete coatings, by achieving high physical and mechanical characteristics of asphalt concrete, to ensure its stability [1-3].

Bitumen is a binder of the asphalt concrete combination. The necessary condition for improving the quality of the bitumen binder is a high adhesion to the surface of the mineral filler, plasticity and stability of properties under the conditions of a wide temperature range, resistance to cracking [4].

The quality of bituminous binder can vary, depending on the ratio of various components that make up the petroleum fraction. Petroleum dispersive systems (PDS) are described in the works of many researchers – Rebinder P.A., Gun R.B., Kolbanovskaya A.S. and others [4-10]. According to their views, petroleum bitumen is polydisperse systems, with oils and tars as the dispersion medium, and asphaltenes and high-molecular-weight paraffins as the dispersed phase. The ratio of the chemical groups in the composition of bitumen determines its dispersive structure and rheological behavior, thus influencing its physicochemical and operational properties.

As the oil sector undergoes changes, this affects the quantity, price and quality of bitumen, which affects the composition of residues used in bitumen road surfaces. Since more than 90% of the world's road network consists of bitumen coatings, changes in the supply of bitumen affect the design of these coatings [11]. To produce road bitumen, heavy oils with a high content of resinous substances and a low content of paraffin fractions are most suitable. A high content of asphaltenes increases the hardness, softening temperature, and brittleness of the bitumen, whereas predominance of oils in the composition makes the bitumen soft and easily fusible. The elasticity of bitumen increases with the increasing content of petroleum resins [4, 10]. Road bitumen is represented by grades such as BND 200/300, BND 130/200, BND 90/130, BND 60/90, BND 40/60, BN 200/300, BN 130/200, BN 90/130, BN 60/90 [12-13].

The adhesive characteristics of bitumen largely depend on the nature of the main components that affect the performance characteristics of the asphalt concrete mixture. Oxidized road bitumen, as a rule, has anion-active functional groups of an acidic nature, due to which they are well sorbed on the surface of the mineral filler, which has a basic character [4, 15]. Acidic minerals containing more than 65% SiO₂ do not form lasting chemisorption bonds when interacting with bitumen. This is due to the presence of active adsorption centers such as

Lewis and Brensted, which determine the activity of the mineral filler in relation to the binder and the ability to provide strong adhesive bonds [15].

The fractional composition plays an equally important role in the quality of adhesion to the filler: the smaller filler particles exceed the corresponding large fillers in the quality of adhesion to the bitumen binder. With an increase in the dispersion of the material, its activity increases, which corresponds to an increase in the volume of the structured bitumen in the boundary layers [16].

The destruction of the road surface can be caused by several specific factors. As mentioned above, it can be attributed to unsatisfying characteristics of the mineral filler (acidic nature, small contact area), as well as the insufficient quality of the bituminous binder used in the asphalt production. The main supplier of bitumen in Kazakhstan is Russia, wherefrom over 300 thousand tons of road bitumen are imported annually. In Kazakhstan, however, the annual domestic production of bitumen does not exceed 70 thousand tons per year. It should also be noted that the quality of imported bitumen does not always meet the requirements of modern road construction in the country, characterized by a variety of road-climatic zones [17]. In multiple oil refineries, the technical infrastructure remains at a low level: the facilities are not equipped with modern-type oxidation columns, and outdated tubular reactors continue to be used. These and many other factors lead to an uncontrolled variability in the quality indicators of the raw materials entering processing, which, in turn, significantly influences the quality of the produced bitumen [18-20].

2. Modification of bitumen

In both domestic and global practices, varied types of modifiers are extensively used to impart improved properties to bitumen. It is worth noting that when using high-quality bituminous binders and a well-composed recipe for asphalt concrete combination, the road-paving material can be reliable even without the use of modifying additives [18, 23].

The main requirement for a modifying additive is economic efficiency, particularly general availability and cost-effectiveness [24]. From a technical standpoint, to create composite materials based on bituminous binders with a defined set of characteristics, only such modifiers are necessary, which meet the following conditions:

- stability over a wide temperature range, including during the preparation temperature of the asphalt concrete mixture;
- compatibility with bitumen during the preparation of the mixture of bituminous binder with mineral filler;
- provision of the properties of the road surface such as resistance to shear stresses, stiffness, and resistance to sharp temperature fluctuations;
- chemical and physical stability during storage, processing, as well as in real operating conditions as part of the road surface.

The scientific research on the modification of bitumen, using secondary products, is widely known. The research [25-29] considers the effect of cellulose-

stabilizing additives on the physical and mechanical characteristics of bitumen. As a result of the conducted studies of the bitumen samples with stabilizing additives of various nature, it has been found that cellulose-containing additives in the composition do not significantly change the properties of the binder, and the presence of surfactants in the samples, on the contrary, affects the thixotropic properties of bitumen. These additives increase the hardness and increase the softening temperature of the binder, which, in turn, indicates an improvement in the performance characteristics of bitumen and the possibility of operation in a wide temperature range [26].

It is believed that one of the promising directions for improving the quality of asphalt concrete pavement is the use of sulfur [30-34]. The demand for the use of technical sulfur as a modifying additive is due to its cheapness, and it is produced in large volumes as a by-product in various fields of the chemical industry. The world experience in the field of road construction indicates an increase in the physical-mechanical and rheological properties of sulfuric acid bitumen binders and mixtures based on them in comparison with conventional bitumen and asphalt concrete. Modification of bitumen for asphalt concrete with sulfur implies the introduction of additives or modifiers using sulfur into the bitumen. These modifiers can improve various properties of bitumen and, consequently, improve the characteristics of asphalt concrete. For example, the addition of sulfur can improve the adhesion of bitumen to mineral fillers, increase resistance to thermal effects and improve the fatigue resistance of the material. A significant problem in the production of sulfur bitumen binders is the formation and release of toxic compounds when heating bitumen with sulfur.

It is proved that the modification of the rubber crumb improves the properties of pure bitumen [35-40]. In the presented scientific articles, there are decreases in the penetration rate of bitumen modified with rubber chips compared to the initial one, which indicates an increase in the viscosity of the system, the reason for which, most probably, is the adsorption of part of the light oil fractions with rubber swarf. In the case of modified rubber crumbs, the absorption of light oil fractions in the bitumen composition occurs to a lesser extent. The interaction of bitumen with a rubber modifier is accompanied by two processes: swelling of the rubber powder, followed by an increase in its mass, and leaching of the ingredients, soluble in the bitumen medium from the rubber with a decrease in the mass of the modifying additive. The heat resistance of the binder also increases. A distinctive feature of bitumen-rubber compositions in comparison with unmodified bitumen is elasticity, which can also be said about polymer-bitumen compositions, where the polymer is completely dissolved in a bitumen binder. Despite several advantages, the use of rubber crumbs as a modifier has disadvantages. The use of rubber crumbs can cause difficulties when processing it and adding it to bitumen. This requires additional equipment and technological changes in the production process. Since rubber crumb is a relatively new material in this field, additional research is required to fully understand its impact on the long-term properties of asphalt concrete and road surfaces. However,

despite these disadvantages, the rubber crumb continues to attract attention and research, since its use can help in solving problems with waste disposal and improving the environmental performance of road construction.

Among all methods of improving the quality of road bitumen, the use of polymers seems to be one of the most promising. Modification of bitumen, using polymer additives, makes it possible to increase resistance to shear stress and cracking, and increases the service life of asphalt concrete road surfaces [41-46]. For this reason, the use of polymer-bitumen modifiers in road construction, despite their high cost, is considered economically justified. The most common polymer modifiers used in road construction are thermoplastics, elastomers and thermoplastics. If we consider the class of plastomers (thermoplastics), polyolefins have been one of the first modifiers [47-50]. Among polyolefins, polyethylene and polypropylene are of increased interest. For the construction of highways, it is polyethylene that is most widely used [50], for example, high- and low-density polyethylene (HDPE and LDPE), isotactic polypropylene, atactic polypropylene, etc. Polymers of several polyethylene began to be used as a modifying additive for bitumen based on several advantages, such as an increase in the viscosity of the binder and a decrease in sensitivity to high temperatures. However, despite the positive characteristics of the modified bitumen, there is its instability under long-term storage conditions and the need for constant mixing, which limits the use of polyethylene as a bitumen modifier, as a result [51].

From several plastomers, ethylene copolymers are used when modifying bitumen [44, 52] – these are polymers such as ethylene-vinyl acetate (EVA) and ethylene-butyl acetate (EBA). In such polymers, the mechanical properties are determined by the content of vinyl acetate. The low content of vinyl acetate in the polymer makes it similar in properties to low-density polyethylene. An increase in the content of vinyl acetate increases transparency, flexibility, the ability to mix and stitch, but at the same time increases the adhesion and hardness of the raw material, the softening temperature of the modified binder decreases. Even though improving the properties of bitumen, using plastomers as a modifier has several advantages, there are significant disadvantages that limit their use. The main limitation is not the ability to improve the elastic recovery of polymer-bitumen binder, as well as the susceptibility to aging.

Another class of polymers, used to improve the quality of asphalt concrete mixtures, are elastomers [42, 52, 53]. The most significant representatives of elastomers are rubbers, both natural and synthetic. The need to use industrial volumes of elastomers contributed to the complete transition to synthetic rubbers. The use of synthetic rubbers as modifiers increases the extensibility and elasticity of bitumen increase its resistance to cracking and temperature changes. Divinyl Styrene Rubber (DSR) is now increasingly used as a modifying additive for asphalt concrete coatings. It has been found [54-58] that the addition of DSR to the bitumen binder increases the adhesive properties of the composite material and significantly improves adhesion to the mineral components of asphalt concrete. It seems optimal to use a 7% divinyl styrene rubber additive in bitumen.

However, it is important to note that the effectiveness of rubber modification may depend on specific operating conditions, the type of rubber, its content and other factors. It is best to use a modification of rubber in accordance with technical standards and recommendations of the road construction industry.

One of the most promising and most frequently used classes of industrial polymers in the road industry is thermoplastic elastomers (thermoplastics) [56]. Due to their structure, they combine the properties of both thermoplastics and elastomers. Among them, styrene-butadiene-styrene (SBS) and styrene-ethylene-butylene-styrene (SEBS) thermoplastic elastomers have become widespread and are of the greatest interest to researchers. According to the information from various sources [58, 59], the addition of thermoplastic elastomers, in addition to improving the elasticity and extensibility of the binder, contributes to the hardening of the material mainly by improving the cohesive properties of bitumen. The cohesion of bitumen binders characterizes the shear resistance of the connecting layers at the molecular level. This property, along with adhesion and viscosity, is the main indicator that gives an objective idea of the mechanical properties of organic binders at high temperatures.

The quality and durability of asphalt concrete coatings, as mentioned earlier, largely depends on the adhesion of the bitumen binder of the mineral filler. Road bitumen in its composition contains surfactants, which, as a rule, are represented by asphalt genic acids and their anhydrides and provide satisfactory adhesion of bitumen with mineral filler. In case of their insufficient quantity in the binder composition, surfactants modifiers of asphalt concrete mixture are used to improve the quality of bitumen adhesion to the filler [58-66]. The mechanism of action of surfactants in a bitumen dispersion medium is based on the processes of their adsorption on the hydrophilic surface of the filler. At the same time, a decrease in surface tension, wetting of the surface is caused by a fixed orientation of the surfactant molecules of the polar group to the surface of the solid phase, and by a hydrocarbon radical into the hydrocarbon medium [60]. An improvement in wetting entails an improvement in adhesion in accordance with the combined Dupre-Young equation [61]. This effect is greater the higher the amount of adsorption of surfactants on the filler surface and reaches the greatest value when they are chemisorbed.

Nitrogen-containing chemical compounds are promising adhesive additives for bitumen, providing improved adhesion and resistance of road surfaces to destruction. In road construction, cationic, nonionic and anionic surfactants can be used in the manufacture of asphalt concrete mixtures. The most effective adhesive additives are cationic additives [62, 67-69], based on nitrogen-containing chemical compounds, such as imidazolines, amidoamines and amines. Most domestic and foreign companies strive to produce adhesive additives based on nitrogen-containing chemical compounds, namely imidazolines, since asphalt concrete mixtures with the addition of this type of modifier are characterized by a high coefficient of water resistance and increased adhesion of bitumen with mineral filler, which allows the road surface to maintain its performance

characteristics when exposed to adverse conditions. However, the widespread introduction of cationic adhesive additives into the practice of road construction is constrained by limited production capabilities and a shortage of raw materials, respectively, their high price.

The lack of own manufacturers of a wide range of modifying additives leads to the need to import them from foreign countries, which significantly increases the cost of bitumen materials. The presence of petrochemical waste on a large scale makes it possible to produce cheap, effective and competitive modifying additives [70, 71]. Additives obtained from industrial waste, including oil refining industry, can be used as modifiers for asphalt concrete mixtures. The use of such surfactants has several advantages, such as reducing the cost of production and waste disposal.

3. Methods of bitumen adhesion and cohesion determination

In this connection, given the importance of the adhesive-cohesive properties of bitumen in the formation of a high-quality asphalt concrete coating, it is necessary to properly assess these properties. Both qualitative and quantitative methods are used to find the indicators of bitumen adhesion to the filler [41, 71-75]. The most common qualitative (visual) method of determination in accordance with Interstate Standard 11508-74. The essence of this technique is a visual assessment of the degree of coating of mineral filler with bitumen after its boiling in water and comparison with the reference samples. The adhesion of bitumen to the filler based on this method is determined by the characteristics of the bitumen film on the surface of the mineral filler and is estimated in points (from 2 to 5). High-quality bitumen is characterized by the complete preservation of the bitumen film of the filler surface at the end of testing, while in some places the film may be reduced in places. This method has its drawbacks and, first, it is the subjectivity of the visual assessment, which depends on the individual perception of the expert. In [63], based on the methodology of qualitative determination of adhesion, a quantitative method was proposed in which the adhesion coefficient is calculated as the ratio of the mass of bitumen in a bitumen-mineral mixture after boiling and drying to the mass of bitumen in a bitumen-mineral mixture before boiling. However, during the experiment [76] it has been found that because of testing, samples with the same adhesion indicators may visually differ from each other in the degree of coating of the mineral filler with a bitumen binder. In this regard, a decrease in the surface area of the mineral material is a more significant indicator and for this reason the gravimetric method is not recommended for assessing adhesion.

The author Kolbanovskaya A.S. describes a quantitative method for determining adhesion, which is based on the ability of mineral filler particles to adsorb polar molecules of methylene blue dye, and on a radioactive method for measuring selective adsorption of divalent metal salts. The disadvantage of this method is its high cost and duration of measurements (1.5-2 hours) [77].

As mentioned earlier, the adhesive properties of bitumen directly depend on the polarity of the components in its composition, including surfactants. Thus, the dielectric permittivity, which characterizes the force of the interaction between charges in a medium with respect to vacuum, can be attributed to the quantitative method of determining adhesion. Dielectric properties are studied in constant and alternating electric fields [78, 79].

It is possible to quantify the adhesion of bitumen to a mineral material based on an assessment of its wetting properties and finding the work of adhesion [60, 70, 79, 80-82]. The essence of the method consists in measuring the edge angle of wetting during the spreading of a drop of bitumen on the surface of a mineral material in a certain temperature range and finding the adhesion work through these values. The larger this value is, the better the adhesion of bitumen with mineral material will be. With an increase in the temperature of the substrate, wetting with bitumen proceeds much more efficiently, the work of adhesion increases. This is due to a decrease in viscosity, which improves the adhesion of bitumen with mineral filler and ensures a tighter fit of bitumen to the filler. The method for determining the adhesion of bitumen to the filler based on its wetting ability is the most informative in comparison with the standard qualitative methods for determining adhesion. Its advantage lies in the quantitative determination of the adhesion work, which makes it more objective.

Separately, it is worth mentioning the devices for determining the adhesive-cohesive properties of bitumen, which make it possible to obtain accurate and reliable results that can be used for product quality control, designing new materials and improving existing technologies. The most common method of finding the adhesive properties of bitumen is penetration [83-85]. Bitumen penetration is one of the methods of measuring the consistency or viscosity of bitumen at normal temperatures. The penetration procedure involves piercing the bitumen surface with a standard cone-shaped tool and measuring the penetration depth. The found indicators are divided into standards, which in turn are divided into brands. According to the brand, it is possible to determine the scope of bitumen application and its quality indicators. The depth of penetration of the needle (penetration) at 25°C characterizes the plasticity and viscosity of the binder, its technological properties. The higher the viscosity, the less penetration of the needle into the bitumen. Penetration is an important tool for engineers and manufacturers of bitumen materials, helping to determine their suitability for specific climatic conditions and requirements of road construction.

In addition to the above methods, the adhesion of bitumen can be determined by a separation test [12]. The essence of the method is to determine the effort that is spent on peeling (tearing off) the protective coating of certain geometric dimensions, carried out at an angle of 90° or 180°. In this case, measuring devices such as a dynamometer or a digital adhesive meter of the AMC 2-20, AMC 2-50 type with a division price of no more than 0.1 N (0.01 kgf) can serve as a means of controlling the adhesion value. The method makes it possible to identify a stable peeling force, which makes it possible to visually determine the nature of

the destruction of the material. Based on the method of determination of separation, the destruction of the material under study may be adhesive, cohesive or mixed in nature.

Cohesion, as well as adhesion, depends on several factors, including the nature of the substance, layer thickness and temperature. The mechanism of cohesion depends more on the viscosity and is determined by intermolecular forces and the structure of the bitumen material. The higher the cohesion, the better the resistance of the composite material to water. To date, the existing methods for determining the cohesive strength of bitumen binder can be divided into two main groups. In the first of them, the ability of the binder to hold the grains of mineral material on the surface of the asphalt concrete coating is evaluated. In this group, for bitumen used for surface treatment, the methods for determining adhesion simulate the tearing forces that arise under the action of a car wheel [86-87]. The most well-known of these methods are the pendulum method for determining the adhesion of Vialit in accordance with EN 13588-2008 [88], the method for determining the adhesive ability of bitumen emulsion - a test for adhesion to matte marble [89]; the method for determining the adhesive or cohesive separation of the bitumen layer from the surface of the stone material - a test for the adhesion strength of bitumen [90].

Another group of methods is related to the determination of the cohesive characteristics of the binder as a component of asphalt concrete. This group includes tests adapted for the assessment of cohesion: plasticity (EN 13589, EN 13398), direct stretching by the method. There are also developments [91], initially aimed at determining the cohesion of bitumen. With the help of a shear cohesiometer, it becomes possible to determine such characteristics of bitumen as fluidity and shear viscosity of the material. [92]. When working with a shear cohesiometer, the first step is to prepare samples of bitumen films having a strictly fixed thickness. During the preparation of the samples, 28.8 mg of bitumen is subjected to deformation between two working films under the influence of a load until a spot with a diameter of 12 mm is formed. Although this method is quantitative, it is quite complex and has a high probability of errors due to the use of small quantities. It gives an idea of the adhesive properties of bitumen based on changes in its viscosity when exposed to elevated temperatures. The main disadvantages of this device include the difficulty in ensuring the parallelism of the test plates, which could lead to a decrease in the accuracy of the results obtained and their significant dispersion. In addition, the disadvantages of this device can be attributed to the test mode with a constant loading speed.

Among modern cohesiometers, the most popular is the QCD-1 cohesiometer used in HNADU, as well as the plane-plane cohesiometer produced by BiRoI (USA), in which glass plates are used as substrates [93].

Among the measuring devices for determining the quality of bitumen for road construction, in addition to a penetrometer, an adhesive meter and a cohesiometer, a pendulum device can also be noted, which is designed to analyze the cohesion of road bitumen [94-96]. The device has a metal block that is bonded

to the holder by a layer of analyzed bitumen. The block is installed in the path of the “standard” pendulum, which has a hammer-shaped head. The lower the lifting height of the pendulum, the stronger the adhesion of bitumen. The method of determining the cohesion of bitumen, using a pendulum device is based on the measurement of the angle of the lifting of the pendulum after its collision with the block, the values of which make it possible to calculate the amount of cohesion of the tested binder. The EN 13588 standard requires the use of a pendulum device to determine the quality of bitumen and assign it the CE marking [97].

There are several modern methods for determining the adhesive and cohesive properties of bitumen and asphalt concrete. Some of them involve the use of specialized devices and techniques.

There are several modern methods for determining the adhesive and cohesive properties of bitumen and asphalt concrete. One of the methods that has recently been increasingly mentioned in scientific publications is the Method of atomic force microscopy (AFM) and scanning electron microscopy (SEM) [98-101]. These methods make it possible to visualize and study the structure and surface of materials, including adhesion between particles and layers.

In contrast to the current system for predicting the operational properties of asphalt concrete, based on measuring its strength characteristics at different temperatures, the quality of asphalt mixtures primarily depends on the properties of the bitumen binder. Therefore, it is necessary to develop scientific and practical approaches to improve the existing regulatory documents, considering the characteristics of bitumen materials. Based on the stated technological and methodological aspects of the study of the adhesive-cohesive properties of asphalt concrete coatings, it can be stated that it is necessary to develop new accurate reproducible methods, using computer technologies that allow automating data collection and processing, which reduces the likelihood of errors related to the human factor

Funding: The work was carried out in JSC “M. Kozybayev North Kazakhstan University” under the program of grant financing of scientific research for 2023-2025, carried out by the Committee of Science of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan, under the program AP19677707.

Conflict of interest: The authors declare that there is no conflict of interest between the authors that requires disclosure in this article.

ЖОЛ БИТУМЫНЫҢ АДГЕЗИЯЛЫҚ ЖӘНЕ КОГЕЗИЯЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІН АНЫҚТАУ ӘДІСТЕРІНІҢ ҚАЗІРГІ ЖАҒДАЙЫ

А.Н. Дюрягина, А.И. Дегерт, А.А. Луценко, Т.В. Ширина

*«Манаш Қозыбаев атындағы Солтүстік Қазақстан университеті»
коммерциялық емес акционерлік қоғамы, Петропавл, Қазақстан*

**E-mail: adyuryagina@inbox.ru*

Түйіндеме. *Kіріспе.* Көлік инфрақұрылымының саласы қарқынды дамып келеді, бұл жол төсемдерін салу кезінде битумның тұрақты қасиеттерінің маңыздылығын көрсетеді. Битумды байланыстырғыштың сапасын жақсартудың қажетті шарты оның минералды толтырғыштың бетіне жоғары адгезиясы болып табылады. Минералды толтырғышпен битумның адгезиясы асфальтбетон қоспасының сапасын, асфальтбетон жабынының пайдалану сипаттамаларын және оның зақымға төзімділігін сипаттайтын маңызды көрсеткіш болып табылады. Бұл сипаттамаларды оңтайлы бағалау жол төсемдерінің беріктігі мен сенімділігін қамтамасыз етудің негізгі факторына айналады. Мақалада битум мен минералды толтырғыштың адгезиялық және когезиялық сипаттамаларын анықтау әдістерінің қазіргі жағдайы талданады. *Жұмыстың мақсаты*-битумның адгезиялық және когезиялық қасиеттерін бағалау үшін қолданылатын әртүрлі әдістерді мұқият талдау, содан кейін олардың артықшылықтары мен кемшіліктерін анықтау. Битуминозды материалдардың құрылысы мен әрекетін жақсы түсіну үшін осы сипаттамаларды анықтауда қолданылатын дәстүрлі және заманауи тәсілдерге шолу жасалады. Битумның адгезиялық және когезиялық сипаттамаларын анықтаудың жоғары дәлдігін қамтамасыз ететін құрылғылардың әртүрлі түрлері зерттелді. Мақалада деректерді тереңірек талдау үшін компьютерлік модельдеуді қолдану мүмкіндігі қарастырылады, бұл әртүрлі жағдайларда битумның әрекетін болжаудың жаңа перспективаларын ашады. *Қорытынды.* Мақалада жол инфрақұрылымына қойылатын заманауи талаптарды ескере отырып, битумның адгезиялық және когезиялық қасиеттерін анықтау әдістері саласындағы қосымша зерттеулер мен әзірлемелердің қажеттілігі көрсетілген. Асфальтбетонның беріктік сипаттамаларын өлшеу негізінде оның пайдалану қасиеттерін болжау жүйелері қолданыстағы әдістерді жетілдіруді талап етеді. Осы сипаттамаларды өлшеудің нақты әдістерінің болуы жол материалдарының сапасын жақсартудың негізі ғана емес, сонымен қатар үнемі өзгеріп отыратын климаттық және пайдалану факторлары жағдайында көлік желілерін тиімді жоспарлауға және күтіп ұстауға ықпал етеді. Сондықтан битуминозды материалдардың сипаттамаларын ескере отырып, қолданыстағы нормативтік құжаттарды жетілдірудің ғылыми және практикалық тәсілдерін әзірлеу қажет.

Түйінді сөздер: асфальтбетон, битумның агрегатка адгезиясы, адгезия, когезия, беттік белсенді заттар, дисперсті бөлшектер, адсорбция, адгезия күшейткіштері, адгезияны сынау әдістері

Дюрягина Антонина Николаевна химия ғылымдарының кандидаты, профессор

Дегерт Алёна Ивановна магистр, PhD докторант

Луценко Аида Александровна PhD

Ширина Татьяна Валерьевна магистр

СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АДГЕЗИОННЫХ И КОГЕЗИОННЫХ СВОЙСТВ ДОРОЖНОГО БИТУМА

А.Н. Дюрягина, А.И. Дегерт, А.А. Луценко, Т.В. Ширина

НАО «Северо-Казахстанский Университет имени Манаша Козыбаева»,

Петропавловск, Казахстан

**E-mail: adyuryagina@inbox.ru*

Резюме. *Введение.* Сфера транспортной инфраструктуры быстро развивается, что подчеркивает важность стабильных свойств битума при строительстве дорожных покрытий. Необходимым условием улучшения качества битумного вяжущего является его высокая адгезия к поверхности минерального наполнителя. Адгезия битума с минеральным наполнителем является важным показателем, характеризующим качество асфальтобетонной смеси, эксплуатационные характеристики асфальтобетонного покрытия и его устойчивость к повреждениям. Адекватная оценка этих характеристик становится ключевым фактором обеспечения долговечности и надежности дорожных покрытий. В статье анализируется современное состояние методов

определения адгезионных и когезионных характеристик битума и минерального наполнителя. Целью работы является тщательный анализ различных методов, используемых для оценки адгезионных и когезионных свойств битума, с последующим выявлением их преимуществ и недостатков. Дается обзор как традиционных, так и современных подходов, используемых для определения этих характеристик, чтобы лучше понять структуру и поведение битуминозных материалов. Были изучены различные типы устройств, которые обеспечивают более высокую точность определения адгезионных и когезионных характеристик битума. В статье освещается возможность использования компьютерного моделирования для более глубокого анализа данных, что открывает новые перспективы в прогнозировании поведения битума в различных условиях. **Заключение.** В статье подчеркивается необходимость дальнейших исследований и разработок в области методов определения адгезионных и когезионных свойств битума с учетом современных требований к дорожной инфраструктуре. Системы прогнозирования эксплуатационных свойств асфальтобетона на основе измерения его прочностных характеристик требуют совершенствования существующих методов. Наличие точных методов измерения этих характеристик является не только основой для повышения качества дорожных материалов, но и способствует более эффективному планированию и обслуживанию транспортных сетей в условиях постоянно меняющихся климатических и эксплуатационных факторов. Поэтому необходимо разработать научные и практические подходы к совершенствованию существующих нормативных документов с учетом характеристик битуминозных материалов.

Ключевые слова: асфальтобетон, адгезия битума к заполнителю, адгезия, когезия, поверхностно-активные вещества, дисперсные частицы, адсорбция, усилители адгезии, методы испытания адгезии

<i>Дюрягина Антонина Николаевна</i>	<i>кандидат химических наук, профессор</i>
<i>Дегерт Алёна Ивановна</i>	<i>магистр, PhD докторант</i>
<i>Луценко Аида Александровна</i>	<i>PhD</i>
<i>Ширина Татьяна Валерьевна</i>	<i>магистр</i>

References

- Korenevsky V.V., Knyshev A.A., Mordik E.A. Optimization of methods of diagnostics and assessment of technical condition of highways. *Humanities, social-economic and social sciences*, **2019**, 9, 198-202. DOI: <https://doi.org/10.23672/SAE.2019.9.36819>
- Malin P.M. The modern state of road bitumen modification field. *The world of science*, **2021**, 309-311.
- Vasilchenko E.A., Ryazanova I.S., Sysoev A.R., Soldatov A.A., Yashin S.O. General information about asphalt. *Vestnik nauki i obrazovaniya*, **2022**, 5 (125), 66-69. ISSN: 2312-8089
- Gureyev A.A., Chernysheva E.A., Kononov A.A., Kozhevnikova Yu.V. Proizvodstvo neftyanyh bitumov. *Neft' i gaz*, **2007**, 102 (In Russ.).
- Gun RB. Neftyanye bitумы. *Nedra*, **1973**, 432 (In Russ.).
- Kolbanovskaya A.S. Dorozhnye bitумы. *Transport*, **1973**, 264 (In Russ.).
- Nayler P. Bitumens: Modified. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology (Second Edition)*, **2001**, 645-650. DOI: <https://doi.org/10.1016/B0-08-043152-6/00123-6>
- Evdokimova N.G., Luneva N.N. The use of additives of different nature for the modification of the properties of bitumen. *Bashkir chemical journal*, **2016**, 4 (23), 49-62. ISSN: 0869-8406
- Gureyev, A. A. Neftyanye vyazhushchie materialy. *Nedra*, **2018**, 155 (In Russ.). ISBN: 978-5-8365-0484-7
- Anupam K., Akinmade D., Kasbergen C., Erkens S., Adebisi F. A state-of-the-art review of Natural bitumen in pavement: Underlining challenges and the way forward. *Journal of Cleaner Production*, **2023**, 382, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.134957>
- Dzhabrailova M.H., Salamova P.H., and Idrisova E.U. Harakteristika, svojstva, poluchenie i primenenie bitumov. *Vestnik Magistratury*, **2021**, 10 (2), 14-15 (In Russ.). ISSN: 2223-4047
- GOST 22245-90. Viscous petroleum road bitumens. Specifications. **2015**, 9.
- GOST 11955-82. Road petroleum liquid bitumens. Specifications. **2015**, 9.

14. Paliukaite M., Vorobjovas V., Bulevicius M., Andrejevas V. Evaluation of Different Test Methods for Bitumen Adhesion Properties. *Transportation Research Procedia*, **2016**, 14, 724-731. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.trpro.2016.05.339>
15. Gridchin A.M., Yadykina V.V. Features of interaction of bitumen with mineral materials from sour rocks. *Bulletin of Kharkov National Automobile and Highway University*, **2008**, 40. ISSN: 2219-5548
16. Antunes V., Freire A.C., Quaresma L., Micaelo R. Effect of the chemical composition of fillers in the filler-bitumen interaction. *Construction and Building Materials*, **2016**, 104, 85-91. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.042>
17. Telyashev E.G., Hajrudinov I.R., Kut'in Yu.A., Orazova G.A., Bukanova S.K. Istochniki syr'ya dlya proizvodstva dorozhnyh bitumov v Kazahstane. *Exposition Oil & Gas magazine*, **2008**, 5, 24-26 (In Russ.).
18. Ippolitov E.V., Grudnikov I.B. Asphalt production technology. Recent history and old problems. *Chemistry and Technology of Fuels and Oils*, **2000**, 4 (36), 235-244. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02742835>
19. Lazzat B., Shaimardan M. Petroleum industry and analysis of producing petroleum products. *International scientific and practical conference world science*, **2016**, 5 (9), 52-54. ISSN: 2413-1032
20. Zholdybaev N.T. Development of integration processes in the petroleum industry of Kazakhstan. *Oil Industry*, **2003**, 7, 40-41. ISSN: 0028-2448
21. Galdina V.D. Modificirovannyebitumy: study guide. *Siberian State Automobile and Highway University in Omsk*, **2009**, 228 (In Russ.).
22. Tyukanko, V., Demyanenko, A., Dyuryagina, A., Ostrovnoy, K., Aubakirova, G. Optimizing the Composition of Silicone Enamel to Ensure Maximum Aggregative Stability of Its Suspensions Using Surfactant Obtained from Oil Refining Waste. *Polymers*, **2022**, 14, 3819. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym14183819>
23. Tyukanko V., Demyanenko A., Dyuryagina A., Ostrovnoy K., Lezhneva M. Optimization of the Composition of Silicone Enamel by the Taguchi Method Using Surfactants Obtained from Oil Refining Waste. *Polymers*, **2021**, 13, 3619. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym13213619>
24. Gohman L.M. Kompleksnye organicheskiye vyazhushchie materialy na osnove bloksopolimerov tipa SBS. Study guide. *Ekon-Inform*, **2004**, 585 (In Russ.).
25. Vdovin E.A., Bulanov P.E., Zhuravlev I.V. The effect of cellulose stabilizing additives on the physical and mechanical characteristics of bitumen. *News of the Kazan State University of Architecture and Engineering*, **2022**, 3 (61), 103-109. DOI: https://doi.org/10.52409/20731523_2022_3_103
26. Galimullin I.N., Bashkirtseva N.Yu. Assessment of the impact of stabilizing additives on the technical properties of road bitumen. *Oil refining and petrochemistry: Scientific and technical achievements and the best practices*, **2015**, 7, 40-44. ISSN: 0233-5727
27. Smirnov D.S., Yagund E.M., Brodneva V.E. Assessment of the impact of cellulose impurities on the properties of crushed stone mastic asphalt concrete. *Kazan State University of Architecture and Engineering*, **2020**, 4 (54), 80-87. ISSN: 2073-1523
28. Mukhametkhanov A.M., Nugmanov O.K., Lebedev N.A. Investigation of technical characteristics of paving bitumen combined with cellulose-containing stabilizing additives. *Kazan State University of Architecture and Engineering*, **2011**, 4 (18), 260-267. ISSN: 2073-1523
29. Yastremsky D.A., Abaydullina T.N., Kudiyakov A.I. Crushed-stone and mastic asphalt with cellulose containing additive. *Vestnik Tomskogo gosudarstvennogo arkhitekturno-stroitel'nogo universiteta*, **2019**, 5 (21), 180-191. DOI: <https://doi.org/10.31675/1607-1859-2019-21-5-180-191>
30. Galdina V.D. Serobitumnye vyazhushchie: monograph. *Siberian State Automobile and Highway University in Omsk*, **2011**, 124 (In Russ.).
31. Ivan'ski M., Ur'ev N.B. Asfal'tobeton kak kompozitsionnyj material. *Tekhpolygoncentr*, **2007**, 668 (In Russ.).
32. Le Huu T. Physical and mechanical properties of sulfur-bitumen binders and sulfur-asphalt concrete. *Engineering Journal of Don*, **2022**, No. 6 (90), 646-664.
33. Vasil'ev Yu.E., Andronov S.Yu., Timokhin D.K., Repin A.M., Repina O.V., Talalai V.V. Sulfur-containing composite materials for transport construction. *Naukovedenie*, **2016**, 3 (34), 112.
34. Turaev F., Beknazarov H., Djalilov A. Study of the modification of the road bitumen element sulfur. *Universum: technical sciences*, **2019**, 2 (59), 65-69.

35. Pen V.R., Levchenko S.I. Performance properties and durability modified rubber-bitumen composites. *Actual problems of aviation and aerospace systems*, **2019**, 388-390.
36. Beliaev P.S., Malikov O.G., Merkulov S.A., Frolov V.A. Solution to the problem waste rubber products by modifying the road binders. *Proceedings of the Voronezh state university of engineering technologies*, **2014**, 2 (60), 129-131. ISSN: 2226-910
37. Ivanov S.A., Shabayev S.N., Tyuryukhanov K.Yu. Recycling crumb rubber by production modified bitumen. *Engineering Journal of Don*, **2022**, 9 (93), 143-160.
38. Belyayev P.S., Zabavnikov M.V., Malikov O.G., Volkov D.S. Issledovanie vliyaniya rezinovoj kroshki na fiziko-mekhanicheskie pokazateli neftyanogo bituma v processe ego modifikacii. *Vestnik Tambovskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, **2005**, 4 (11), 923-930 (In Russ.).ISSN: 0136-5835
39. Dolinskaya R.M., Prokopchuk N.R. Influence of rubber crush on the properties of oil bitumen. *Proceedings of BSTU: Series 2. Chemical Engineering, Biotechnologies, Geoecology*, **2021**, 1 (241), 172-175. ISSN: 2520-2669
40. Vorobeva A.A., Emelyanycheva E.A., Abdullin A.I. The influence of crumbed rubber on petroleum bitumen properties. *Bulletin of the technological university*, **2018**, 10 (21), 59-62. ISSN: 1998-7072
41. Rozental' D.A., Tabolina L.S., Fedosova V.A. Modifikaciya svojstv bitumov polimernymi dobavkami. *CNIIT Eneftekhim*, **1988**, 49 (In Russ.).
42. Rozental' D.A., Bereznikov A.V., Kudryavcev I.N. Bitumy. Poluchenie i sposoby modifikacii: study guide. *LTI*, **1979**, 80 (In Russ.).
43. Mamadiev N.A. Polimery i polimernye nanokompozity dlya proizvodstva bitumnyh vyazhushchih. *Vestnik magistratury*, **2021**, 5 (116), 26-29 (In Russ.).ISSN: 2223-4047
44. Shiryayev A.O., Obuhov A.G., Vysockaya M.A., Shekhovcova S.Yu. Polimernye modifikatory bitumnyh vyazhushchih. *Vestnik Belgorodskogo gosudarstvennogo tekhnologicheskogo universiteta im. V. G. SHuhova*, **2017**, 11, 48-54 (In Russ.). ISSN: 2071-7318
45. Polacco G., Berlincioni S., Biondi D., Stastna J., Zanzotto L. Asphalt modification with different polyethylene-based polymers. *EurPolym*, **2005**, 12 (41), 31-44. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2005.05.034>
46. Dyuryagina A.N., Lutsenko A.A., Tyukanko V.Yu. Study of the disperse effect of polymeric surface-active substances in acrylic dispersions used for painting oil well armature. *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University Geo Assets Engineering*, **2019**, 8 (330), 37-44. DOI: <https://doi.org/10.18799/24131830/2019/8/2210>
47. Attaelmanan M., Cheng PF., AI AH. Laboratory evaluation of HMA with high density polyethylene as a modifier. *Constr Build Mater*, **2011**, No. 5 (25), 64-70. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.12.037>
48. Stastna J., Zanzotto L., Vacin OJ. Viscosity function in polymermodified asphalts. *Colloid Interface Sci*, **2003**, No. 259, 2-7. DOI: [https://doi.org/10.1016/s0021-9797\(02\)00197-2](https://doi.org/10.1016/s0021-9797(02)00197-2)
49. Dyuryagina A.N., Ostrovnoj K.A., Golodova I.V., SHajmerdenova Z.N., Kozik D.Yu., Dyusikeeva A.K. Optimizaciya processov vodopodgotovki oborotnoj vody zavoda po vtorighnoj pererabotke plastmass. *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University, Geo Assets Engineering*, **2021**, 9 (332), 187-195. DOI: 10.18799/24131830/2021/9/3368
50. Lewandowski L.H. Polymer modification of paving asphalt binders. *Rubber Chemistry and Technology*, **1994**, 3 (67), 447-480. DOI: <https://doi.org/10.5254/1.3538685>
51. Kotenko N.P., Shcherba Yu.S., Evforitsky A.S. Effect of polymer and functional additives on the properties of bitumen and asphalt-concrete. *Bulletin of Higher Educational Institutions. North Caucasian Region. Technical Sciences*, **2019**, 1 (201), 94-99. DOI: <https://doi.org/10.17213/0321-2653-2019-1-94-99>
52. Vasilovskaya G., Druzhinkin S., Peresykin E., Berseneva M. The development of polymer-bitumen binder compositions for preparation of polymer-modified asphalt cements. *Engineering Journal of Don*, **2023**, 3 (99), 399-408
53. Chen J.S., Liao M.C., Lin C.H. Determination of polymer content in modified bitumen. *Materials and structures*, **2003**, 9 (36), 594-598. DOI: <https://doi.org/10.1007/bf02483278>
54. Biglova R.Z., Nasretdinova R.N. Evaluation of adhesion and cohesion properties of road bitumens modified by butadienitic rubber. *Reports of the Bashkir University*, **2018**, 3 (23), 734-738. ISSN: 1998-4812

55. Zhu J., Birgisson B., Kringos N. Polymer modification of bitumen: advances and challenges. *European polymer journal*, **2014**, 1 (54), 18-38. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2014.02.005>
56. Minhairova A. I., Zakirova L. Yu., Vol'fson I. S., Ayupov D. A., Murafa A. V., Hozin V. G., Hakimullin Yu. N. Modifikaciya dorozhnyh bitumov smesevymi termo elastoplastami. *Herald of technological university*, **2012**, 17 (15), 120-122 (In Russ.).
57. Belova N.A., Israilova Z.S., Strakhova N.A. Problems and perspektivy production oil bitumen. *Herald of Daghestan State Technical University. Technical Sciences*, **2016**, 2 (41), 139-149. ISSN: 2073-6185
58. Platonov, A.P. Primenenie aktivnyh dobavok pri proizvodstve oksilennyh bitumov. *Avtomobil'nyedorogi*, **1992**, 4, 10-12 (In Russ.).
59. Bembel', V.M. Modifikaciya neftyanyh bitumov. *Tezisy dokladov Mezhdunarodnoj konferencii po himiinefti*, **1991**, 307 (In Russ.).
60. Bolatbaev K.N., Dyuryagina A.N., Ostrovnoj K.A. Modificirovanie kompozitov poverhnostno-aktivnymi veshchestvami. *North Kazakhstan University named after M. Kozybayev*, **2005**, 186p. (In Russ.).
61. Dyuryagina A.N. Colloid chemistry: study guide. *ESPI Almaty*, **2022**, 220 p.(In Russ.).
62. Shalamanov V.A., Zaharova P.M., Moiseev D.N. Study of the influence of adhesive additives "Amdor-10" and "Polyram I-200" on physical and mechanical characteristics of the bitumen. *Vestnik Kuzbasskogo gosudarstvennogo tehničeskogouniversiteta*, **2017**, 2 (120), 166-170. ISSN: 1999-4125
63. Pyriġ YA.I. Obzor metodov ocenki sčepneniy abitumov s kamennymi materialami. *Bulletin of Kharkov National Automobile and Highway University*, **2019**, 85, 73-82 (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.30977/BUL.2219-5548.2019.85.0.73>
64. Dyuryagina A., Lutsenko A., Ostrovnoj K., Tyukanko V., Demyanenko A., Akanova M. Exploration of the Adsorption Reduction of the Pigment Aggregates Strength under the Effect of Surfactants in Water-Dispersion Paints. *Polymers*, **2022**, 14, 996. DOI: <https://doi.org/10.3390/polym14050996>
65. Dyuryagina A., Lutsenko A., Demyanenko A., Tyukanko V., Ostrovnoj K., Yanevich A. Modeling the wetting of titanium dioxide and steel substrate in water-borne paint and varnish materials in the presence of surfactants. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, **2022**, 1(6(1150)), 31-42. DOI: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2022.252757>
66. Ostrovnoj K., Dyuryagina A., Demyanenko A., Tyukanko V. Optimization of titanium dioxide wetting in alkyd paint and varnish materials in the presence of surfactants. *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies*, **2021**, 4(6(112)), 41-50. DOI: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2021.237879>
67. Tyukan'ko V.YU., Dyuryagina A.N., Ostrovnoj K.A., Dem'yanenko A.V. Study of wetting of aluminum and steel substrates with polyorganosiloxanes in the presence of nitrogen-containing surfactants. *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University, Geo Assets Engineering*, **2017**, No. 11 (328), 75-82. ISSN: 2500-1019
68. Ramaswamy S., Low E. The effects of Amino antistripping additives on stripping of bituminous mixes. *Highways and Transportation*, **1990**, 5 (37), 9-13.
69. Nazimuddin M., Wasiuddin C., Fogle M., Musharraf M., Edgar A. Effect of antistripping additives on surface free energy characteristics of asphalt binders for moisture-induced damage potential. *Journal of Testing and Evaluation*, **2007**, 1 (35)
70. Dyuryagina A.N., Ostrovnoj K.A., Kozik D.Yu. Modifying effect of petrochemical waste processing products on wetting and stabilization of solid-phase particles. *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University, Geo Assets Engineering*, **2021**, 12 (322), 164-172. DOI: <https://doi.org/10.18799/24131830/2021/12/3124>
71. Dyuryagina A.N., Byzova Yu.S., Ostrovnoj K.A., Tyukanko V.Y. Utilization of the waste sealing liquid component in asphalt concrete pavements. *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University, Geo Assets Engineering*, 8 (322), **2021**, 80-86. DOI [10.18799/24131830/2021/04/3150](https://doi.org/10.18799/24131830/2021/04/3150)
72. Kandhal P. S. Field and Laboratory Investigation of Stripping in Asphalt Pavements: State of the Art Report. *Transportation Research Board*, **1994**, 1454, 36-47.
73. Liu Y., Apeageyi A., Ahmad N., Grenfell J., Airey G. Examination of moisture sensitivity of aggregate-bitumen bonding strength using loose asphalt mixture and physico-chemical surface energy property tests. *International Journal of Pavement Engineering*, **2014**, 7 (15), 657-670.
74. ASTM D 3625-2012 Standard Practice for Effect of Water on Bituminous-Coated Aggregate Using Boiling Water. *ASTM International*, **2012**, 2.

75. Kennedy T. W., Roberts F. L., Anagnos J. N. Texas boiling test for evaluating moisture susceptibility of asphalt mixtures. *Texas State Department of Highways and Public Transportation*, **1984**, 5 (253), 36.
76. Vasil'ev V.V., Ivkin A.S., Salamatova E.V., Maidanova N.Ya.V. Improvement of methods for determining bitumen cohesion with mineral materials. *Bulletin of StPb SIT (TU)*, **2018**, 42 (68), 58-61.
77. Kolbanovskaya A.S. Metod krasitelej dlya opredeleniya scepneniya bituma s mineral'nymi materialami. *Avtotransizdat*, **1959**, 32 (In Russ.).
78. Kortyanovich K.V., Evdokimova N.G., Zhirnov B.S. Dielektricheskaya pronicaemost' kak pokazatel' harakterizuyushchij adgezionnye svoystva bitumov. *Neftegazovoe delo*, **2016**, 2, 35 (In Russ.).
79. Abdullin A.I., Emel'yanycheva E.A., Diyarov I.N. Ocenka adgezii bituma k mineral'nomu materialu v asfal'tobeton na osnove ego smachivayushchihsvoystv. *Bulletin of the Technological University*, **2009**, 4, 257-259 (In Russ.).
80. Xie J., Wu S., Pang L., Lin J., Zhu Z. Influence of surface treated fly ash with coupling agent on asphalt mixture moisture damage. *Constr. Build. Mater.*, **2012**, 30, 340-346. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.11.022>
81. Groninger J., Wistuba M.P., Renken P. Adhesion in Bitumen-Aggregate-Systems. *Road Mater. Pavement Des.*, **2010**, 11(4), 881-898. DOI: <https://doi.org/10.1080/14680629.2010.9690311>
82. Byzova Yu.S., Dyuryagina A.N., Ostrovnoi K.A., Gorshkova T.A., Savelyeva P.O. Investigation of the wetting effect of surfactants of various nature in the bitumen composition. *Chemical Journal of Kazakhstan*, **2023**, 1 (81), 44-53. DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-1.2710-1185.05>
83. Kosarev I.V., Ignatova T.A., Ivanchenko A.E. Penetraciya neftyanogo bituma. *Teoriya i praktika sovremennoj nauki*, **2017**, 1 (19), 574-576 (In Russ.).
84. Shorin V.A., Velsovsky A.Y., Myasnikova S.A. Study of penetration (viscosity) of petroleum road bitumen from various manufacturers. *Bulletin of Vologda State University*, **2022**, 4 (18), 31-33. ISSN: 2658-3399
85. Kolmakov G.A., Zanozina V.F., Karataev E.N., Ivanov P.S., Grishin D.F., Zorin A.D. Effect of sulfur-containing acids on the penetration and softening point of asphalts obtained from acid sludge. *Petroleum Chemistry*, **2007**, 2 (47), 139-142. ISSN: 0028-2421
86. Galkin A., Pyrih Ya. Conditions of measurement of bitumen binders cohesion strength. *Bulletin of Kharkov National Automobile and Highway University*, **2013**, 1 (99), 71-77. ISSN: 2219-5548
87. Galkin A., Pyrih Ya. Conditions of measurement of bitumen binders cohesion strength. *Bulletin of Kharkov National Automobile and Highway University*, **2017**, 79, 47-51. ISSN: 2219-5548
88. Bitumen and bituminous binders. Determination of cohesion of bituminous binders with pendulum test: EN 13588-2008 - Brussels. *European committee for standardization*, **2008**, 22.
89. Isaac L. Howard, Walter S. Jordan, Jason M. Barham, Alejandro Alvarado, Ben C. Cox. Performance Oriented Guidance for Mississippi Chip Seals, Volume I. *Mississippi State University*, **2013**, 191.
90. Hagos E.T. The Effect of Aging on Binder Properties of Porous Asphalt Concrete. *Wohrmann Print Service*, **2008**, 321.
91. Vasiliev Yu., Subbotin I., Shelest S., Stepanishev A. Bitumen cohesion and adhesion strength quantitative assessment method and system research. *Naukovedenie*, **2014**, 5 (24), 26.
92. Babkov E.I. Kogeziometr sdvigovyj [The invention relates to the field of control of the physical properties of binders, mainly bitumen]. *Patent SU, No. 305388*, **1971**.
93. Babcock, Gregg B. Study of Asphalt Binders using Lap Shear Bonds. *Proceedings of the 43rd Annual Conference of Canadian Technical Asphalt Association*, **1998**, 43, 1-15. ISSN: 0712-2470
94. The Vialit device designed to analyze the adhesion of road bitumen: <https://rm-pro.ru/catalog/oborudovanie-dlya-isyptaniy-dorozhno-stroitelnykh-materialov-superpave/pribor-crt-vcp-kogeziya/>
95. Dzhilavdari I. Z., Mekid S., Riznookaya N. N. Ustrojstvo i metodika izmereniya momentov sil soprotivleniya kacheniyu na pyatne kontakta. *Pribory i metody izmerenij*, **2019**, 4 (10), 308-321 (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.21122/2220-9506-2019-10-4-308-321>
96. Malyar V. V., Psyurnik V. A., Lapchenko A.S. Opredelenie modulya uprugosti asfal'topolimerbetonov dlya rascheta konstrukcij dorozhnyh odezhd. *Bulletin of Kharkov National Automobile and Highway University*, **2008**, 40 (In Russ.).
97. Canestrari, F., Cardone, F., Graziani, A., Santagata, F., Bahia, H. U. Adhesive and Cohesive Properties of Asphalt-Aggregate Systems Subjected to Moisture Damage. *Road Materials and Pavement Design*, **2010**, 11, 11-32. DOI: <https://doi.org/10.1080/14680629.2010.9690325>

98. Emel'yanycheva E.A., Abdullin A.I. Issledovanie neftyanyh modificirovannyh bitumov metodom atomnoj silovoj mikroskopii. Vestnik Kazanskogo tekhnologicheskogo universiteta, **2012**, 15 (12), 172-174 (In Russ.).

99. Yu X, Burnham NA, Tao M. Surface microstructure of bitumen characterized by atomic force microscopy. *Adv Colloid Interface Sci*, **2015**, 218, 17-33. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cis.2015.01.003>

100. Zhang H.L., Yu J.Y., Feng Z.G., Xue L.H., Wu S.P.. Effect of aging on the morphology of bitumen by atomic force microscopy. *J Microsc*, **2012**, 246, 11-9. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2011.03578.x>.

101. Loeber L, Alexandre S, Muller G, Triquigneaux J, Jolivet Y, Malot M. Bituminous emulsions and their characterization by atomic force microscopy. *J Microsc*, **2000**, 198, 106. DOI: <https://doi.org/10.1046/j.1365-2818.2000.00667.x>.

PRODUCTION OF CARBONACEOUS MATERIALS USING COAL TAR RESIN AND INVESTIGATION OF THEIR SURFACE PROPERTIES

*K.A. Kadirbekov**¹, *N.A. Buzaev*¹, *N.N. Oralbaev*¹, *G.G. Seitkhal*¹,
*S. Dadyka*², *A.Zh. Abyurov*², *K.K. Kim*², *E.A. Tusupkaliev*¹, *A.A. Espenbetov*¹, *Zh.N. Kainarbayeva*¹

¹*Institute of Chemical Sciences named after A.B. Bekturov, Almaty, Kazakhstan*

²*Scientific and Engineering Research Center ERG LLP, Astana, Kazakhstan*

*E-mail: k.kadirbekov@ihn.kz

Abstract: The traditional technological process for creating highly porous materials from carbonaceous raw materials involves two stages of thermal treatment: carbonization (pyrolysis) and activation (gasification), aimed at forming a porous structure capable of adsorption. Combining both stages into a single process with chemical activation allows for efficient raw material utilization and control of the material's porous structure at different levels, providing the ability to customize its characteristics. The choice of a chemical activator depends on the type of raw material and the required characteristics of porous carbon materials. In this study, it is established that the analysis of surface properties of highly porous carbon materials synthesized from coal tar pitch, obtained by distillation of coal tar resin from JSC "Shubarkolkomir," confirms the outstanding operational characteristics of this material. The application of a combined process of carbonization and activation of coal tar pitch at an optimal temperature in an inert atmosphere leads to the formation of porous carbon materials with a high specific surface area: 561 (traditional method), 789 (chemical activation), and 881 m²/g (templating method), as well as a pore volume of 0.30; 0.40; and 0.48 cm³/g, respectively. This work not only expands the technological methods of obtaining carbon materials from coal tar resin but also underscores their potential for improving soil structure and increasing the efficiency of agricultural production.

Keywords: carbon materials, porous structure, coal tar resin, distillation fractions, coal tar pitch, templating activation, porous carbon materials, raw material utilization efficiency, soil stability, agriculture, operational characteristics.

<i>Kadirbekov Kairat Adyrbekovich</i>	<i>Doctor of Chemical Sciences, e-mail: k.kadirbekov@ihn.kz</i>
<i>Buzaev Nurdaulet Amanzholovich</i>	<i>Doctoral student PhD, e-mail: buzayev.n@gmail.com</i>
<i>Oralbaev Nursultan</i>	<i>Master, e-mail: oralbayevn@gmail.com</i>
<i>Seitkhal Gulnar</i>	<i>Bachelor</i>
<i>Dadyka Sergey</i>	<i>Coal chemistry manager, e-mail: sergey.dadyka@erg.kz</i>

Citation: Kadirbekov K.A., Buzaev N.A., Oralbaev N.N., Seitkhal G.G., Dadyka S., Abyurov A.Zh., Kim K.K., Tusupkaliev E.A., Espenbetov A.A., Kainarbayeva Zh.N. Production of Carbonaceous Materials Using Coal Tar Resin and Investigation of Their Surface Properties. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 4(84), 118-130. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.45>

<i>Abyurov Arman Zhumagalievich</i>	<i>Engineer technologist 1st category, e-mail: arman.abuyurov@erg.kz</i>
<i>Kim Konstantin Klimentovich</i>	<i>Environmental manager, e-mail: konstantin.k.kim@erg.kz</i>
<i>Tusupkaliev Ersin Adietovich</i>	<i>Candidate of Chemical Science, e-mail: t_ersin@mail.ru</i>
<i>Espenbetov Asylbek Alibekovich</i>	<i>Doctor of Chemical Sciences, e-mail: yespenbetov@mail.ru</i>
<i>Kainarbaeva Zhaniya Nurbekovna</i>	<i>Master, e-mail: zhaniya_90nk@mail.ru</i>

ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КАМЕННОУГОЛЬНОЙ СМОЛЫ И ИЗУЧЕНИЕ ИХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СВОЙСТВ

*К.А. Кадирбеков^{*1}, Н.А. Бузаев¹, Н.Н. Оралбаев¹, Г.Г. Сейтхал¹, С.Дадыка², А.Ж. Абюров², К.К.²Ким, Е.А. Тусупкалиев¹, А.А. Еспенбетов¹, Ж.Н. Кайнарбаева¹*

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

²ТОО «Научно-инженерный исследовательский центр ERG», Астана, Казахстан

^{*}E-mail: k.kadirbekov@ihn.kz

Резюме. Традиционная технологическая процедура создания материалов с высокой пористостью из углеродсодержащего сырья включает два этапа термической обработки: карбонизацию (пиролиз) и активацию (газификацию), направленные на формирование структуры пор, способных к адсорбции. Объединение обоих этапов в единый процесс с химической активацией позволяет эффективно использовать сырье и контролировать пористую структуру материала на различных уровнях, предоставляя возможность настройки его характеристик. Выбор химического активатора зависит от типа сырья и требуемых характеристик пористых углеродных материалов. В данном исследовании установлено, что анализ поверхностных свойств высокопористых углеродных материалов, синтезированных из каменноугольного пека, полученного дистилляцией каменноугольной смолы АО "Шубарколькомир", подтверждает высокие эксплуатационные характеристики этого материала. Применение комбинированного процесса карбонизации и активации каменноугольного пека при оптимальной температуре в инертной атмосфере приводит к образованию высокопористых углеродных материалов с высокой удельной площадью поверхности: 561 (традиционный метод), 789 (химическая активация) и 881 м²/г (темплатный метод), а также объемом пор 0.30; 0.40 и 0.48 см³/г соответственно. Данная работа не только расширяет технологические методы получения углеродных материалов из каменноугольной смолы, но и подчеркивает их потенциал для улучшения почвенной структуры и повышения эффективности сельскохозяйственного производства.

Ключевые слова: углеродные материалы, пористая структура, каменноугольная смола, фракций дистилляции, каменноугольный пек, темплатная активация, пористые углеродные материалы, эффективность использования сырья, устойчивость почвы, сельское хозяйство, эксплуатационные характеристики.

<i>Кадирбеков Кайрат Адырбекович</i>	<i>Доктор химических наук</i>
<i>Бузаев Нурдаулет Аманжолович</i>	<i>Докторант PhD</i>
<i>Оралбаев Нурсултан</i>	<i>Магистрант</i>
<i>Сейтхал Гулнар</i>	<i>Бакалавр</i>
<i>Дадыка Сергей</i>	<i>Менеджер по углехимии</i>
<i>Абюров Арман Жумагалиевич</i>	<i>Инженер-технолог 1 категории</i>
<i>Ким Константин Климентович</i>	<i>Менеджер по экологии</i>
<i>Тусупкалиев Ersin Адиевич</i>	<i>Кандидат химических наук</i>

1. Введение

Углеродсодержащие материалы (УМ) являются разнообразным классом веществ, содержащих углерод и обладающих различными свойствами и структурами. Их разнообразные формы и применения делают их перспективными для различных технологических и научных областей [1, 2]. В этом контексте особое внимание уделяется высокопористым углеродным материалам (ПУМ), представляющим подкласс УМ с уникальной пористой структурой. Эти материалы идеальны для приложений, где важны большая поверхность и высокая адсорбционная способность.

Используемые в качестве прекурсоров углерода различные виды сырья, включая биомассу и ископаемые ресурсы, предоставляют широкие возможности для создания пористых углеродных материалов [3, 4]. Однако, несмотря на их перспективность, промышленные углеродные материалы часто не соответствуют требованиям технологических процессов, что приводит к неэффективному использованию их из-за высоких затрат и ограниченных сырьевых ресурсов.

Каменноугольная смола, являющаяся доступным и дешевым побочным продуктом угольной промышленности, может стать перспективным сырьем для углеродсодержащих материалов [5-7]. Разработка эффективных и экономически целесообразных углеродных материалов из доступных промышленных источников представляет собой актуальную задачу для научного и технологического сообщества [8]. В производстве углеродных материалов из каменноугольной смолы особое внимание заслуживает темплатный метод синтеза, который применяется с успехом [9]. Этот метод не только позволяет достичь высокой пористости материала, но и обеспечивает уникальную возможность контролировать порозитет на различных уровнях. Это важно для адаптации материала под конкретные технологические требования, например, в сельском хозяйстве для улучшения структуры почвы и поддержания эффективного роста растений.

2. Экспериментальная часть

В качестве объекта исследования нами использована среднетемпературная каменноугольная смола АО «Шубарколькомир» и каменноугольный пек, полученный дистилляцией КУС по методике от ВУХИН. Для характеристики компонентного состава дистиллятных фракций КУС, исходя из задач исследования, нами применены методы ИК-спектроскопии и хромато-масс-спектрометрии.

ИК-спектральный анализ проводили с использованием спектрофотометра NICOLET5700 (FT-IR) с Фурье-преобразованием по программе OMNIC в области волновых чисел 400 - 4000 см^{-1} . Молекулярный состав продуктов отгонки КУС определяли на хромато-масс-

спектрометре «Agilent 8990» с МС детектором «Agilent 5975» с капиллярной колонкой HP-1 длиной 50 м.

В данной работе процесс карбонизации образцов на основе каменноугольного пека проводился в изотермических условиях с применением трех методик. Согласно методике 1, термообработку каменноугольного пека осуществляли в инертной атмосфере в температурном интервале 600-800°C при скорости нагрева 5°C /мин времени выдержки 120 мин (при заданной температуре). Согласно методике 2, для образования микропор во внутренней структуре углерода и тем самым для увеличения удельной поверхности, полученный пек подвергали химической активации при температуре активации 800 - 850°C. Согласно методике 3, получение ПУМ был осуществлено с использованием MgO в качестве темплата и каменноугольного пека в качестве предшественника углерода.

Поскольку поверхностные свойства полученных образцов высокопористого углерода являются крайне важной характеристикой сорбентов, их исследованию уделялось большое внимание. Метод сорбции газов позволяет определять важнейшие характеристики твердофазных веществ, такие как удельная площадь поверхности, пористость (микро-, мезопористость), объем пор, распределение пор по размерам. Удельную площадь поверхности образцов высокопористого углерода определяли методом БЭТ по стандартной методике с использованием анализатора NOVA 1000 (QUANTACHROMEINSTRUMENTS, США).

Удельную площадь поверхности образцов оценивали методом БЭТ, объем микропор – t-методом по адсорбционной ветви изотермы, средний диаметр мезопор – методом Баррета-Джойнера-Халенды (БДХ) по десорбционной ветви изотермы. Общий удельный объем пор определяли по изотерме адсорбции азота при значении относительного давления (0,99).

3. Результаты и обсуждение

Дистилляция КУС на фракции проводили по методике от ВУХИН. В таблице 1 приведены результаты фракционной дистилляции КУС.

Таблица 1 - Результаты дистилляции КУС на фракции

Фракций	Температурный интервал, °C	Выход, % от массы КУС
Легкая	до 170	3.6
Фенольная	170-210	9.0
Нафталиновая	210-230	9.4
Поглотительная	230-280	19.3
Антраценовая	280-360	17.2
Пек, %	до 405 (в жидкой фазе)	36.5
Потери, %		5.0

Для определения качественного состава КУС был снят ее ИК-спектр (рисунок 1). Кроме того, были сняты ИК-спектры фракций (рисунок 1). Как указывалось выше, состав КУС представляет собой сложную композицию сотен индивидуальных соединений, поэтому ИК-спектры являются их аддитивными характеристиками, т.е. результатом наложения (суперпозиции) спектров составляющих их индивидуальных соединений. Следует отметить, что ИК-спектры всех снятых образцов имеют сходный характер, о чем свидетельствуют приведенные данные в таблице 3 по положению полос поглощения исследованных КУС, ее фракционных (дистиллятных) образцов и твердого остатка (пек).

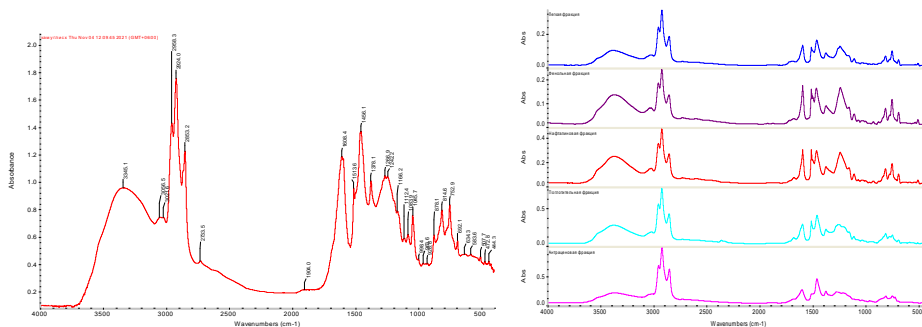


Рисунок 1 - ИК-спектры КУС и его фракций

Была проведена интерпретация спектра КУС с использованием программы OMNIC, из которой было определено, что в КУС наблюдаются полосы поглощения, характерные для следующих, в частности, функциональных групп, что не отражает, естественно, полное многообразие составляющих КУС соединений: замещенные ароматические углеводороды, фенолы и алифатические углеводороды.

Из спектров КУС и ее фракций можно сделать определенные выводы. Поглощение в области валентных ($2850-2960\text{ см}^{-1}$) и деформационных ($960-967, 1456-1466\text{ см}^{-1}$) колебаний CH_2 - и CH_3 -алифатических групп указывает на достаточно высокое содержание алканов, причем отсутствие полос поглощения при 720 см^{-1} свидетельствует о преимущественном содержании кратко звенных алканов. Наличие полос поглощения в области 2731 см^{-1} свидетельствует о наличии во всех фракциях соединений со связями $\text{C}_{\text{sp}2}-\text{H}$. Присутствуют полосы поглощения при $1598-1612, 3018-3028, 690-882\text{ см}^{-1}$, указывающие на наличие соединений ароматического характера. Причем, повышенная интенсивность полос в интервале $690-882\text{ см}^{-1}$ свидетельствует о конденсированном состоянии бензольных циклов. Обширная область поглощения при $3350-3380$ и полосы при $1260-1264\text{ см}^{-1}$ отвечает фенольным гидроксилам. Отсутствие полос при $1700-1750\text{ см}^{-1}$ также может говорить об отсутствии кислородсодержащих групп, в частности, карбонильных ($1700-1740\text{ см}^{-1}$), карбоксильных ($2500-2800, 1700, 1190-1200$

см⁻¹), которые наблюдаются в спектрах некоторых образцов различных источников КУС [10, 11].

На основании хроматографических данных установлено, что все фракции и пек имеют сходственные составы и содержат в себе в разных соотношениях фенол и его алкилзамещенные производные, нафталин и его алкилзамещенные производные (за исключением легкой фракции), алифатические и алкеновые углеводороды, бициклические углеводороды ароматического и полуароматического характера (производные индана и индена).

Наличие фенола и его алкилпроизводных в высококипящих фракциях, превышающих по температурам температуры кипения индивидуальных соединений свидетельствуют, что многокомпонентность состава КУС значительно влияет на концентрирование индивидуальных компонентов в отдельных фракциях. Это обстоятельство связано с образованием азеотропных смесей и комплексов в составе КУС. В связи с чем, примеси фенола и нафталина появляются в бензольной фракции, а нафталин содержится в фенольной фракции и др. Примечательно, что в составах исследованных фракций присутствия серу-, азот- и кислородсодержащих соединений наблюдается в антраценовой фракции и пеке.

Необходимо отметить, что полученные данные о групповых и индивидуальных углеводородных составах фракций КУС подтверждают необходимость их использования в качестве сырьевого источника получения ценных ароматических углеводородов, их смесей и товарных продуктов на их основе при получении красителей, лаков, удобрений, взрывчатых и фармацевтических веществ, пластических масс, пропитывающих и связывающих пекс. Остаток дистилляции КУС (или пек) широко используется для производства новых химических функциональных материалов.

В данной работе остаток дистилляции КУС применен для получения образцов ПУМ. Характеристики пека – остатка дистилляции КУС, который был использован для получения образцов высокопористого углеродного материала, приведены в Таблице 2.

Таблица 2 – Характеристики каменноугольного пека после разгонки КУС АО «Шубарколькомир» определенные по ГОСТам

Характеристики пека	Значение
Температура размягчения, °С	88
Выход летучих веществ, %	60.2
Зольность, %	0
М.д. веществ, нерастворимых в толуоле, %	34.3
М.д. веществ, нерастворимых в хинолине, %	4.0

Ниже представлены, в качестве наглядности, кривые изотерм адсорбции образцов высокопористого углерода, полученных химической активацией и темплатным методом (рисунки 2 и 3). Кривые изотерм

адсорбции и десорбции азота показывают, что форма этих кривых соответствует изотермам I(b)-типа классификации IUPAC, а петля гистерезиса соответствует типу H4.

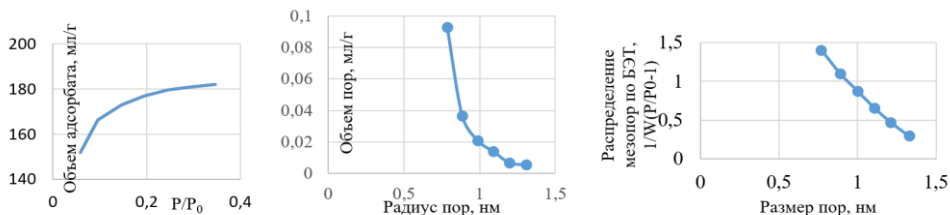


Рисунок 2 - Кривые изотерм адсорбции азота при температуре 77 К, распределения пор по размерам полученными методом NLDFT и распределения пор по размерам полученных по методу ВЈН для образца углерода, активированных гидроксидом калия (химическая активация)

В рисунке 3 приведены кривые изотерм адсорбции азота при температуре 77 К, распределения пор по размерам полученными методом NLDFT и распределения пор по размерам полученных по методу ВЈН для образца углерода (образец ІХН-К4), активированных гидроксидом калия (химическая активация). Такой тип изотерм соответствует материалам, имеющим широкое распределение микропор с размером менее 2.5 нм и узким распределением мезопор. По данным распределения пор по размерам, полученными методом ВЈН видно, что образец, активированный химически при 800°C, дает ярко выраженный пик в районе 0.8 нм.

Следует отметить, что активация образцов при температурах 800°C и 850°C приводит к увеличению высоты и ширины пиков, что указывает на рост доли мезопор в этих образцах. Различия в структуре пор и их распределение по размерам, влияющее на электрохимические свойства в основном связано с температурой активации образцов. При температуре 700°C КОН полностью расходуется, превращаясь в К₂СО₃, который потом разлагается на СО₂ и К₂О при температуре выше 700°C. В диапазоне температур 700- 800°C, реакция К₂СО₃ с углеродной поверхностью способствует дальнейшему развитию микропор. При температуре 800°C К₂СО₃ практически полностью расходуется. Образующийся при разложении К₂СО₃ углекислый газ в области более высоких температур, взаимодействуя с углеродом и восстанавливается до СО. При температурах 800°C и 900°C соединения К₂О и К₂СО₃ также могут быть восстановлены углеродом до металлического калия, который во время активации достаточно эффективно интеркалирует в межатомные плоскости графитовых структур. Этот процесс приводит к расширению и расщеплению плоскостей, давая дополнительную поверхность и изменяя пористость углеродного материала.

В таблице 3, приведены параметры адсорбционных характеристик углеродного материала из КУП, активированных гидроксидом калия (образец ІХН-К4). Как видно из таблицы, образец имеет развитую

удельную поверхность и высокое значение общего объема пор, имеет разную структуру пор, доля объема мезопор больше, чем объем микропор.

Таблица 3 - Удельные характеристики поверхности образца, приготовленного методом химической активации

Параметр	Значение параметра	Параметр	Значение параметра
$S_{БЭТ}$, m^2/g	518.88	$S_{микро}$, m^2/g	114.7862
$V_{общ}$, cm^3/g	0.2814	$S_{макро}$, m^2/g	43.8468
$V_{микро}$, cm^3/g	0.1057	$R_{средн}$, A°	10.8478
$V_{мезо}$, cm^3/g	0.1499	D , нм	1.0847
$V_{макро}$, cm^3/g	0.0257	Доля микропор %	37.56
$S_{мезо}$, m^2/g	360.247	Доля мезопор %	53.26

В рисунке 3 приведены кривые изотерм адсорбции азота, распределения пор по размерам полученными методом NLDFT и распределения пор по размерам полученных по методу ВЈН для образца углерода из КУП (образец ИХН-ТМ1), полученного темплатным методом, где в качестве темпланта использован оксид магния.

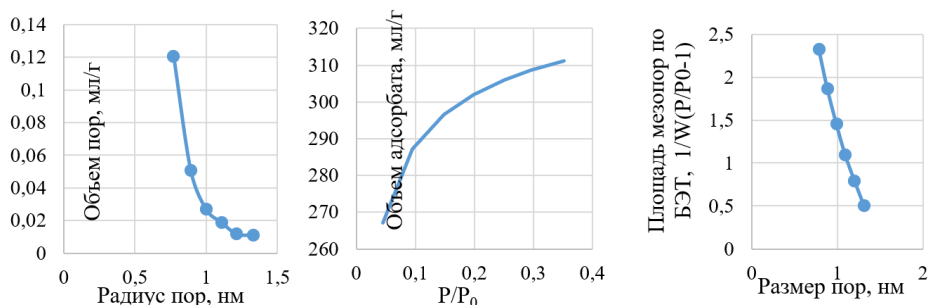


Рисунок 3 - Кривые изотерм адсорбции азота при температуре 77 К, распределения пор по размерам полученными методом NLDFT и распределения пор по размерам полученных по методу ВЈН для образца ИХН-ТМ1, полученного темплатным методом, где в качестве темпланта использован оксид магния

Такая изотерма соответствует материалам, имеющим широкое распределение микропор с размером от 0.5 до 2.0 нм и узким распределением мезопор. По данным распределения пор по размерам, полученными методом ВЈН видно, что образец, активированный химически при 800°C, дает ярко выраженный пик в районе 0.8 нм.

В таблице 4, приведены параметры адсорбционных характеристик углеродного материала из КУП, полученного темплатным методом. Как видно из таблицы, образец имеет самую высокую удельную поверхность ($881m^2/g$) по сравнению с остальными разработанными образцами высокопористого углерода и высокое значение общего объема пор

($V_{\text{общ}}=0.48 \text{ см}^3/\text{г}$). При этом в образце доля микропор больше, чем доля мезопор. Средний диаметр пор составляет 1 нм.

Таблица 4 - Удельные характеристики поверхности образца ИХН-ТМ1, углерода приготовленного темплатным методом

Параметр	Значение параметра	Параметр	Значение параметра
$S_{\text{БЭТ}}, \text{ м}^2/\text{г}$	881.09	$S_{\text{микро}}, \text{ м}^2/\text{г}$	329.15
$V_{\text{общ}}, \text{ см}^3/\text{г}$	0.480	$S_{\text{макро}}, \text{ м}^2/\text{г}$	70.977
$V_{\text{микро}}, \text{ см}^3/\text{г}$	0.2393	$R_{\text{средн}}, \text{ А}^\circ$	10.9088
$V_{\text{мезо}}, \text{ см}^3/\text{г}$	0.1984	D, нм	1.09
$V_{\text{макро}}, \text{ см}^3/\text{г}$	0.0422	Доля микропор %	49.85
$S_{\text{мезо}}, \text{ м}^2/\text{г}$	480.959	Доля мезопор %	41.33

Для более точного понимания изменение структуры углеродных материалов, полученных при применении разных методов, были сравнены распределение пор по методу NLDFT. Видно, что темплатный метод не приводит к изменению общего объема пор, она меняет только распределение пор по размеру, смещая его в сторону больших значений.

Результаты анализа поверхностных свойств синтезированных образцов высокопористого углерода представлены в таблице 5.

Таблица 5. Результаты анализа удельной поверхности (УПП), общего объема пор (ООП) и среднего радиуса пор (СРП) разработанных образцов углерода из КУП

Образец	УПП, $\text{м}^2/\text{г}$	ООП, мл/г	СРП, нм
Традиционный метод (карбонизация и активация)			
ИХН-Ф7	561	0.30	1.0
Химическая активация			
ИХН-К1	789	0.40	1.1
Темплатный метод			
ИХН-ТМ1	881	0.48	1.0

Анализ данных таблицы 5 свидетельствуют о том, что в результате проведенных процессов карбонизации и активации каменноугольного пека нам удалось получить, путем подбора подходящих реагентов и оптимальной температуры процесса в инертной атмосфере, высокопористый углеродный материал с высокими значениями удельной площади поверхности и объема пор, значения которых составляют 561 (традиционный метод), 789 (химическая активация) и 881 $\text{м}^2/\text{г}$ (темплатный метод) и 0.30; 0.40 и 0.48 $\text{см}^3/\text{г}$, соответственно.

Количественные значения площади поверхности и объема пор высокопористого углеродного материала дополнительно подтверждаются их значениями адсорбционной активности по йоду (таблица 6).

По полученным результатам видно, что приемлемым интервалом температуры активации образцов каменноугольного пека является – 800-850°C, при которой площадь удельной поверхности и адсорбционная активность по йоду пористого углерода имеют максимальные значения.

Таблица 6 – Результаты термической обработки образцов ПУМ при различных температурах в инертной атмосфере (N₂)

Температура термообработки, °С	600	700	850	800
Способ получения	Традиционный метод		Химическая активация	Темплатный метод
Выход пористого углерода, %	76	74	29	60
Площадь удельной поверхности, м ² /г	458	561	789	881
Адсорбционная активность по йоду, %	57	64	68	66

4. Заключение

1. С использованием различных методов карбонизации, химической активации и темплатного метода синтезированы углеродсодержащие материалы, которые обладают более развитой микропористостью (0,2- 0,5 см³/г) и удельной поверхностной площадью (в интервале 400 - 900 м²/г), где исходным сырьем является остаток дистилляции каменноугольной смолы - пек (ОД 390° С).

2. Выявлено, что полученные количественные значения ПУМ подтверждается результатами адсорбционной активностью по йоду, где обнаруживается максимальная эффективность при температуре активации в интервале 800-850 °С.

3. Показано, что использование каменноугольной смолы в качестве исходного сырья для высокопористых углеродных материалов представляет собой инновацию, учитывая ее доступность и низкую стоимость как побочного продукта угольной промышленности.

4. Отмечено, что разработанные методы получения углеродсодержащих материалов из каменноугольной смолы представляют собой перспективное направление для применения в сельском хозяйстве. Дальнейшие исследования и практические испытания могут углубить наше понимание возможностей этих материалов для улучшения устойчивости почвы и увеличения урожайности.

Финансирование: Работа выполнена в АО «Институт химических наук им. А.Б. Бектурова» по программе целевого финансирования научных исследований на 2023-2025 годы, осуществляемого Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан по проекту № BR21882220 «Синтез и создание технологий удобрений, композиций, препаратов и материалов многофункционального действия для применения на пустынных и деградированных землях», а также в рамках договора на научно-исследовательские работы с ТОО

«НИИЦ ERG» №PD/SCERG/23-0077 от 11 сентября 2023 г. на тему: «Дистилляция КУС и исследования фракций в качестве сырья для получения технического углерода. Определение степени ароматичности (индекса корреляции) по методу ВМСИ. Определение оптимальных технологических режимов».

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

КӨМІР ШАЙЫРЫН ПАЙДАЛАНУ АРҚЫЛЫ КӨМІРТЕКТІ МАТЕРИАЛДАРДЫ АЛУ ЖӘНЕ ОНЫҢ БЕТТІК ҚАСИЕТТЕРІН ЗЕРТТЕУ

Қ.А. Қадырбеков^{*1}, Н.Ә. Бузаев¹, Н.Н. Оралбаев¹, Г.Г. Сейітхал¹, С.Дадыка², А.Ж. Абюров², К.К. Ким², Е.А. Түсіпқалиев², А.А. Еспенбетов², Ж.Н. Қайнарбаева²

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

² «ERG Ғылыми-инженерлік зерттеу орталығы» ЖШС, Астана, Қазақстан

*E-mail: k.kadirbekov@ihn.kz

Түйіндеме. Құрамында көміртегі бар шикізаттан кеуектілігі жоғары материалдарды жасаудың дәстүрлі технологиялық процедурасы термиялық өңдеудің адсорбцияға қабілетті кеуекті құрылымды қалыптастыруға бағытталған екі кезеңін қамтиды: карбонизация (пиролиз) және белсендіру (газдандыру). Екі кезеңді химиялық белсендіру мен бір процеске біріктіру шикізатты тиімді пайдалануға және материалдың кеуекті құрылымын әртүрлі деңгейде бақылауға мүмкіндік береді, оның сипаттамаларын реттеу мүмкіндігін қамтамасыз етеді. Химиялық активаторды таңдау шикізаттың түріне және кеуекті көміртекті материалдардың талап егілетін сипаттамаларына байланысты. Бұл зерттеуде «Шұбаркөлкөмір» АҚ көміршайырын дистилляциялаумен алынған қалдықтан синтезделген жоғары кеуекті көміртекті материалдардың беттік қасиеттерін талдау олардың тамаша эксплуатациялық қасиеттерін растайды. Инертті атмосферада оңтайлы температурада көміршайырының дистилляциялау қалдығын карбонизациялау және белсендірудің аралас процесін пайдалану жоғары үлестік ауданы бар кеуекті құрамдас материалдардың түзілуіне әкеледі: 561 (дәстүрлі әдіс), 789 (химиялық белсендіру) және 881 м²/г (темплантты әдіс), сонымен қатар кеуек көлемі 0.30; тиісінше 0.40 және 0.48 см³/г. Бұл жұмыс көмір шайырынан көміртекті материалдарды алудың технологиялық әдістерін кеңейтіп қана қоймайды, сонымен қатар олардың топырақ құрылымын жақсарту және ауылшаруашылық өндірісінің тиімділігін арттырудағы потенциалын көрсетеді.

Түйінді сөздер: көміртекті материалдар, кеуекті құрылым, көмір шайыры, айдау фракциялары, көмір шайырының қалдығы, темплантты белсендіру, кеуекті көміртекті материалдар, шикізат тиімділігі, топырақтың тұрақтылығы, ауылшаруашылығы, өнімділік сипаттамалары

<i>Қадырбеков Қайрат Адырбекұлы</i>	<i>Химия ғылымдарының докторы</i>
<i>Бузаев Нұрдаулет Аманжолұлы</i>	<i>PhD докторанты</i>
<i>Оралбаев Нұрсұлтан</i>	<i>Магистрант</i>
<i>Сейітхал Гүлнар</i>	<i>Бакалавр</i>
<i>Дадыка Сергей</i>	<i>Көмір химиясының менеджері</i>
<i>Абюров Арман Жұмағалиұлы</i>	<i>1 санаттың инженер-технологі</i>
<i>Ким Константин Климентұлы</i>	<i>Экология менеджері</i>
<i>Түсіпқалиев Еркін Әдиетұлы</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Еспенбетов Асылбек Әлібекұлы</i>	<i>Химия ғылымдарының докторы</i>
<i>Қайнарбаева Жәния Нұрбекқызы</i>	<i>Магистр</i>

Список литературы:

1. Zhao J., Yang S., Zhang P., Dai Sh. Sulphur as medium: Directly converting pitch into porous carbon /J.Fuel. 286.2021. P.1-10. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119393>
2. Song X, Ma X, Ning G, Gao J. Pitch-based nitrogen-doped mesoporous carbon for flue gas desulfurization. *IndEngChem Res* **2017**; 56: 4743. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.7b00054>
3. Wu Q, Zhang F. A clean process for activator recovery during activated carbon production from waste biomass. *Fuel* **2012**; 94: 426. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.08.059>.
4. Liang W, Wu Y, Xiao H, Xiao J, Li Y, Li Z. Ethane-selective carbon composites CPDA@A-ACs with high uptake and its enhanced ethane/ethylene adsorption selectivity. *AIChE J* **2018**; 64: 3390. <https://doi.org/10.1002/aic.16182>.
5. Zhi-Hao Ma, Xian-Yong Wei, Guang-Hui Liu, Fang-Jing Liu, Zhi-Min Zong .Value-added utilization of high-temperature coal tar: A review *Fuel*.292 (2021)119954 P.1-21
6. Ковалев Е.Т., Чешко Ф.Ф. Новые технологические процессы в области переработки каменноугольной смолы. *Углекимический журнал*. **2010**. №3-4. С.95-101.
7. Granda M, Blanco C, Alvarez P, Patrick JW, Menéndez R. Chemicals from coal coking. *ChemRev.* **2014**;114:1608–36.
8. Шорникова О.Н., Максимова Н.В., Авдеев В.В. Связующие для полимерных композиционных материалов. -М.: МГУ. -**2010**. -52 с.
9. Liang H. W., Wei W., Wu Z. S., Feng X., Müllen K. *Mesoporous metal–nitrogen-doped carbon electrocatalysts for highly efficient oxygen reduction reaction*. *J. Am. Journal of the American Chemical Society* 135 (43), 16002-16005
10. Малолетнев А. С., Гюльмалиев А. М., Мазнева О. А. Химический состав дистиллятных фракций каменноугольной смолы ОАО “АЛТАЙ-КОКС” *Химия твердого топлива*. **2014**. №1. С.12-22.
11. Пудов А.М., Мустафин Е.С., Касенов Р.З., Халенов О.С., Давренбеков С.Ж., Определение содержания фракций каменноугольной смолы из углей Шубаркольского угольного разреза методом хромато-масс спектрометрии, «Dynamika naukowych badan-2009»: Материалы международной научно-практической конференции. - Przemysl (Польша), **2009**,-Т.9.-С.45-51.

References

1. Zhao J., Yang S., Zhang P., Dai Sh. Sulphur as medium: Directly converting pitch into porous carbon /J.Fuel. 286.2021. P.1-10. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.119393>
2. 2.Song X, Ma X, Ning G, Gao J. Pitch-based nitrogen-doped mesoporous carbon for flue gas desulfurization. *IndEngChem Res* **2017**; 56: 4743. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.7b00054>
3. Wu Q, Zhang F. A clean process for activator recovery during activated carbon production from waste biomass. *Fuel* **2012**; 94: 426. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2011.08.059>
4. Liang W, Wu Y, Xiao H, Xiao J, Li Y, Li Z. Ethane-selective carbon composites CPDA@A-ACs with high uptake and its enhanced ethane/ethylene adsorption selectivity. *AIChE J* 2018; 64: 3390. <https://doi.org/10.1002/aic.16182>.
5. Zhi-Hao Ma, Xian-Yong Wei, Guang-Hui Liu, Fang-Jing Liu, Zhi-Min Zong .Value-added utilization of high-temperature coal tar: A review *Fuel*.292 (2021)119954 P.1-21
6. Kovalev Ye.T., Cheshko F.F. Novyye tekhnologicheskkiye protsessy v oblasti pererabotki kamennougol'noy smoly. *Ugol'no-khimicheskii zhurnal*. **2010**. № 3-4. S.95-101.
7. Granda M, Blanco C, Alvarez P, Patrick JW, Menéndez R. Chemicals from coal coking. *ChemRev.* **2014**;114:1608–36.
8. Shornikova O.N., Maksimova N.V., Avdeyev V.V. Svyazuyushchiye dlya polimernykh kompozitsionnykh materialov. -М.: МГУ. -**2010**. -52 с.

9. Liang H. W., Wei W., Wu Z. S., Feng X., Müllen K. [Mesoporous metal–nitrogen-doped carbon electrocatalysts for highly efficient oxygen reduction reaction](#). J. Am. Journal of the American Chemical Society 135 (43), 16002-16005

10. Maloletnev A. S., Gyl'maliyev A. M., Mazneva O. A. Khimicheskiy sostav distillyatnykh fraktsiy kamennougol'noy smoly OAO «ALTAY-KOKS» Khimiya tverdykh topliv. **2014**. № 1. S.12-22.

11. Pudov A.M., Mustafin Ye.S., Kasenov R.Z., Khalenov O.S., Davrenbekov S.ZH., Opredeleniye sodержaniya fraktsiy kamennougol'noy smoly v uglyakh Shubarkol'skogo ugol'nogo razreza metodom khromato-mass-spektrometrii, «Dinamika nauk» «Badan-2009» : Materialy mezhdunarodnoy nauchno-prakticheskoy konferentsii. - Pshemysl' (Pol'sha), **2009**, T.9.-S.45-51.

NEW STEREOSELECTIVE CATALYSTS FOR THE HYDROGENATION OF SUNFLOWER OIL

K. Toshtay, A.B. Auyezov*

Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

**E-mail: kainaubek.toshtay@gmail.com*

Abstract. *Introduction.* The work is devoted to the creation of new stereoselective catalysts for the hydrogenation of sunflower oil, which can significantly reduce the trans-isomers of fatty acids. Thus, on nickel catalysts used in industry, the content of trans-isomers of fatty acids reaches up to 30%. Platinum deposited on diatomite (processed natural clay) 0.2 to 1% is offered as a catalyst. *Methodology.* The hydrogenation was carried out in an autoclave, excluding external diffusion inhibition, at hydrogen pressures ranging from 0.25 to 1.0 MPa and temperatures ranging from 90 to 110°C. *Results and discussion.* Chromatographic analysis was used in all cases to determine the isomeric composition of fatty acids, making it possible for the first time to change hydrogen pressure and reaction temperature without changing the isomeric composition. This allows the study of how stereoisomeric composition changes during the hydrogenation of fatty acids. Various physical methods are used to verify catalysts: TPD, BET, and TEM, etc., which can determine catalyst particle size, hydrogen adsorption forms, and specific surfaces. *Conclusion.* These characteristics were correlated with the activity and stereoselectivity of the studied catalysts. Trans-fatty acids are found to be two to three times lower on platinum catalysts than on nickel catalysts.

Keywords: hydrogenation, sunflower oil, platinum, nickel, catalyst, stereoselectivity, trans isomers of fatty acids

Toshtay Kainaubek

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

Auyezov Ali Baıldildaevich

*Candidate of Chemical Sciences, e-mail: auyezov_ali@mail.ru;
<https://orcid.org/0000-0003-1182-7460>*

НОВЫЕ СТЕРЕОСЕЛЕКТИВНЫЕ КАТАЛИЗАТОРЫ ГИДРИРОВАНИЯ ПОДСОЛНЕЧНОГО МАСЛА

К. Тоснтай, А. Б. Ауезов*

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

**E-mail: kainaubek.toshtay@gmail.com*

Citation: Toshtay K., Auyezov A.B. New stereoselective catalysts for the hydrogenation of sunflower oil. *Chem. J. Kaz.*, 2023, 4(84), 131-141. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.46>

Резюме: *Введение.* Работа посвящена созданию новых стереоселективных катализаторов гидрирования подсолнечного масла, позволяющих значительно снизить транс-изомеров жирных кислот. Так на никелевых катализаторах, используемых в промышленности, содержание транс-изомеров жирных кислот доходит до 30 %. В качестве катализаторов предлагается платина, нанесенная на диатомит (обработанная природная глина) 0.2 до 1 %. *Методология.* Гидрирование проводили в автоклаве, исключая внешне-диффузионное торможение в интервале давлений водорода 0.25 – 1.0 МПа и температур 90 -110 °С. *Результаты и обсуждение.* Во всех случаях определяли изомерный состав жирных кислот хроматографическим методом, что позволило впервые привести изомерный состав жирных кислот при изменении давления водорода и температуры реакции. Это позволяет установить закономерности изменения стереоизомерного состава жирных кислот при их гидрировании. Катализаторы аттестованы физическими методами: ТПД, БЭТ, ПЭМ и др., которые позволяют установить размеры частиц катализатора, формы адсорбированного водорода, удельную и металлическую поверхности. *Заключение.* Сделана попытка связать с этими характеристиками активность и стереоселективность изученных катализаторов. Показано, что содержание транс-изомеров жирных кислот на платиновых катализаторах в два три раза ниже, чем на никелевых катализаторах используемых на практике.

Ключевые слова: гидрирования, подсолнечное масло, платина, никель, катализатор, стереоселективность, транс-изомеры жирных кислот

Кайнаубек Тоштай

PhD, Старший преподаватель

Али Байдылдаевич Ауезов

Кандидат химических наук

1. Введение

Гидрирования является широко используемой технологией отверждения растительных масел для достижения желаемых технических свойств (изменения характеристик плавления и пластичности) и стабильности к окислению при их использовании в шортенингах, маргаринах, спредах и фритюрных жирах. Натуральные растительные масла имеют только цис-конфигурацию двойных связей С-С, которые могут принимать цис- или транс-конфигурацию во время частичного гидрирования [1]. Несмотря на их позитивное влияние на профили плавления, транс жирные кислоты связаны с негативным воздействием на здоровье [2, 3].

Всемирная организация здравоохранения рекомендовала максимально снизить потребление транс жирных кислот. Эти рекомендации привели к необходимости снижения образования транс жирных кислот в процессе гидрогенизации [4-6]. В соответствии с Техническим регламентом Таможенного союза 024/2011, с 01.01.2018 года введена норма содержания транс-изомеров в спредах, заменителях молочного жира, мягких и жидких маргаринах не более 2.0 % [7]. В настоящее время промышленная гидрирования растительного масла представляющая собой трехфазный процесс (газ–твердое–жидкость), обычно осуществляется в автоклаве периодического действия на никелевом катализаторе в виде суспензии при температуре 120–190 °С и давлении водорода 1-5 МПа [8,9]. Относительно высокая температура, используемая в этих реакторах, также способствует образованию большого количества транс жирных кислот (20-40 %) [10,11].

В связи с этим разработка эффективных и селективных катализаторов гидрирования растительных масел, обеспечивающих низкое содержание транс-изомеров в масложировой продукции является весьма актуальной. Существует устойчивый интерес к использованию катализаторов на основе благородных металлов в качестве альтернативы никелевым катализаторам [12,13]. В различных обзорах [14, 15], посвященных разработке катализаторов гидрогенизации растительных масел отмечается, что по активности в гидрировании кратных С=C связей жирных кислот благородные металлы располагаются в ряд: Pd>Rh>Pt>>Ir>Ru, а по образованию в частично гидрированных продуктах транс-изомеров – Pt<Ir<Ru~Rh<Pd. Для палладия характерна высокая активность и возможность существенного снижения образования транс-изомеров по мере снижения температуры процесса [16].

В настоящей работе путем сравнительного частичного гидрирования подсолнечного масла на промышленном никелевом катализаторе и на низкопроцентном платиновом катализаторе, нанесенном на активированный диатомит показаны реальные возможности получения саломасов с очень низким содержанием транс-изомеров при использовании платинового катализатора. Выявлены причины образования больших количеств транс-изомеров при использовании никелевого катализатора.

2. Экспериментальная часть

2.1 Методика приготовления катализатора.

Для приготовления монодисперсных коллоидных частиц платины был приготовлен раствор платинохлористоводородной кислоты, в который добавляли 50 мл дистиллированной воды и определенное количество 0.2, 0.5 и 1.0 %-го раствора поливинилового спирта. Полученный раствор перемешивали при комнатной температуре в течение 30 мин. После этого добавляли расчетное количество 0.1 М раствора боргидрида натрия для восстановления платины. Полученный золь платины наносили на активированный диатомит (Д) адсорбционным методом при перемешивании при комнатной температуре в течение 1 часа. После этого катализатор отмывали дистиллированной водой, отфильтровывали и сушили при 110 °С. Таким образом получали катализаторы с содержанием платины 0.2, 0.5 и 1.0 % Pt/Д. Физико-химические свойства носителя подробно описаны в [17, 18].

2.2 Физико-химические методы анализа

Характеристики платинового катализатора были определены с использованием методов адсорбции азота (ASAP 2020, Micrometrics, США), просвечивающей электронной микроскопии (JEM-2010, «JEOL», Япония) и термопрограммируемую десорбцию водорода, ТПД-H₂ (AutoChem II 2920 Micromeritics).

2.3 Методика гидрирования подсолнечного масла

Каталитическое гидрирование проводили в реакторе периодического действия марки Parr 4848 (Parr Instrument Co. Moline. IL. США) с рабочим

объемом 100 мл используя измерительную часть с кинетической установки высокого давления.

2.4 Анализ жирно -кислотного состава

Жирнокислотный состав исходных масел и продуктов гидрирования (саломас) определяли методом газовой хроматографии (Хромос ГХ-1000) («Хромос», Россия) по ГОСТ 31754-2012 [19].

3. Результаты и их обсуждение

3.1 Физико-химические характеристики катализаторов

Изотермы адсорбции для катализаторов 77 К Pt/Д с содержанием металла 0,2, 0,5 и 1,0%, а также дифференциальные кривые распределения пор по размерам представлены на рис. 1 а и 1 б соответственно. Из рисунка 1 а видно, что для всех образцов платиновых катализаторов характерны изотермы адсорбции IV типа по классификации IUPAC с петлёй гистерезиса типа H₄, что свидетельствует о присутствии мезопор [20]. Рассчитанные по методу БЭТ удельная поверхность образцов 0,2, 0,5 и 1,0 % Pt/Д были равны 46,0, 44,0 и 40,0 м²/г соответственно. Незначительное уменьшение удельной поверхности и объема пор с увеличением концентрации Pt свидетельствует о локализации части платина внутри пор носителя. Как видно из дифференциальных кривых (Рис. 1 б), во всех образцах катализаторов средние диаметры пор, рассчитанные по методу БДХ, составляют 19 нм.

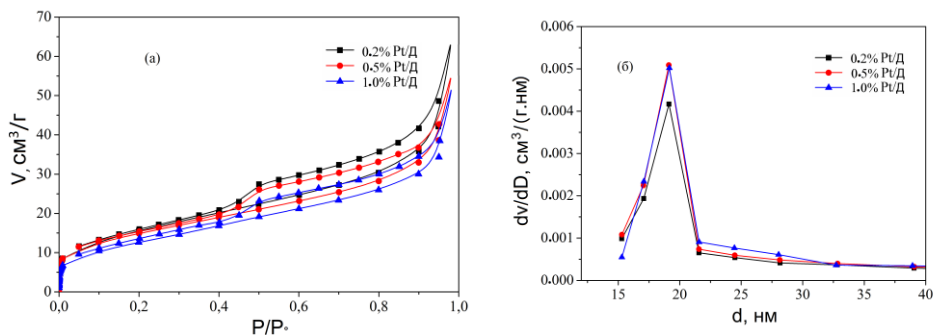


Рисунок 1 – Изотермы адсорбции (а) и дифференциальные кривые распределения объема пор по размерам (б) для катализаторов Pt/Д

Из статистических расчетов по данным ПЭМ (Рис.2а, б и с) следует, что размеры частиц платины на катализаторах 0.2%Pt/Д и 0.5% Pt/Д составляют 1-9 нм, а на 1.0% Pt/Д катализаторе - 1-10 нм, однако преимущественно 2-6 нм для всех трех катализаторов.

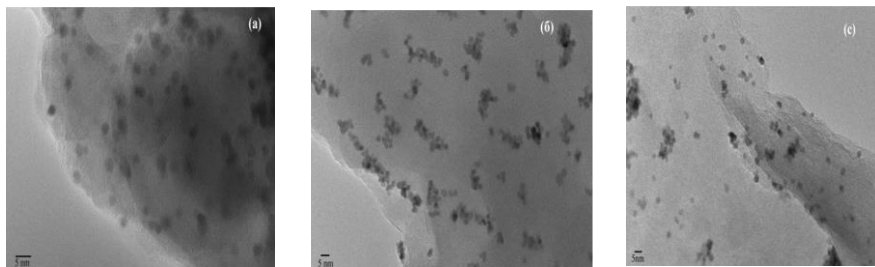


Рисунок 2 – ПЭМ микрофотографии катализаторов (а) 0.2% Pt/Д, (б) 0.5% Pt/Д (с) 1.0% Pt/Д

На рисунке 3 представлены спектры ТПД водорода. Pt и Ni катализаторы резко отличаются по формам водорода, сорбированного на них. На платиновом катализаторе водород адсорбирован, в основном, в виде слабо связанной формы с температурой максимума десорбции равной 160 °С. На никелевом катализаторе водород присутствует в виде крепко связанных форм водорода с двумя температурами максимума десорбции, при 540 и 810 °С.

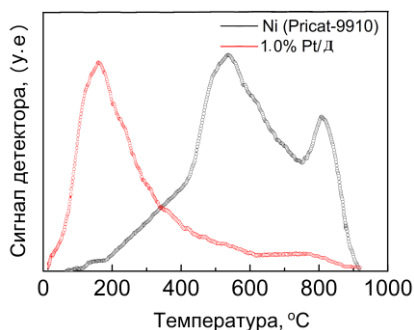


Рисунок 3 – Профили ТПД-Н₂ катализаторов 1.0 % Pt/Д и Ni (Pricat-9910)

3.2 Каталитическое гидрирование подсолнечного масла

3.2.1 Влияние содержания платины в катализаторе на процесс гидрирования подсолнечного масла

Было исследовано влияние содержания платины в катализаторе (0.2 % Pt/Д, 0.5 % Pt/Д и 1.0 % Pt/Д) на процесс гидрирования подсолнечного масла при 90 °С. Кинетические кривые гидрирования подсолнечного масла на данных катализаторах показаны на рис.4. В таблице 1 приведен жирно-кислотный состав образцов саломасов полученных в процессе гидрирования подсолнечного масла.

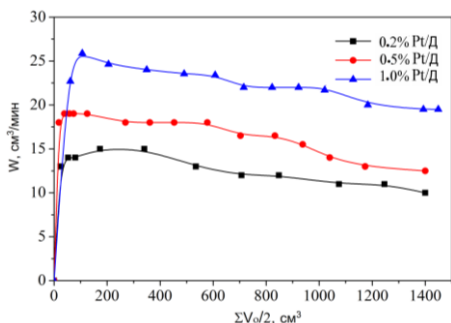


Рисунок 4 – Кинетические кривые гидрирования подсолнечного масла на катализаторах 0.2%, 0.5% и 1.0% Pt/Д

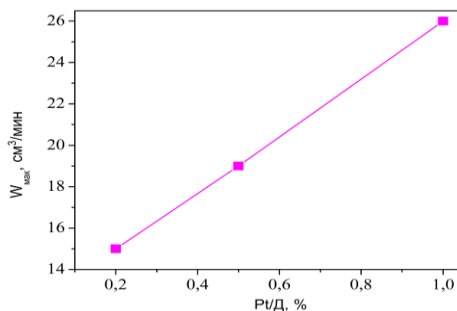


Рисунок 5– Зависимость скорости гидрирования подсолнечного масла от содержания платины в катализаторе

На рисунке 5 показано, что скорость реакции возрастает пропорционально количеству содержанию платины. Построение графика (рис.5) зависимость начальную активность от количества нанесенной платины однозначно показывает наличие линейной вид. Это свидетельствует о том, что процессы массопереноса водорода из газовой фазы в жидкость не лимитируют превращения на поверхности катализатора [291]. При этом содержание транс-изомеров (C18:1t) в саломасях изменяется в узком интервале 4.8-5.8 % (Табл. 1).

Таблица 1 – Жирно-кислотный состав саломасов, полученных в процессе гидрирования подсолнечного масла на катализаторах 0.2%, 0.5% и 1.0% Pt/Д

*Жирнокислотный состав (мас. %)	Подсолнечного масла	0.2%Pt/Д	0.5%Pt/Д	1.0%Pt/Д
C14:0	0.1	0.1	0.1	0.1
C16:0	6.5	6.8	6.8	6.8
C18:0	4.0	22.7	21.4	23.8
C18:1c	21.2	44.5	37.6	38.0
C18:1t	0.2	5.1	5.8	4.8
C18:2c	65.7	17.1	25.2	23.1
C18:2t	0.9	1.1	1.1	0.8
C20:0	0.3	0.2	0.3	0.3
C22:0	0.6	0.5	0.6	0.7
Σтранс изомеров, (%)	1.04	6.2	6.9	5.6
Йодное число, г I ₂ /100г	133.7	74.4	82.4	80.1

3.2.2 Влияние давления водорода на процесс гидрирования подсолнечного масла на катализаторе 1,0% Pt/Д

На рисунке 6 (а, б и с) приведены результаты по изучению влиянию давления водорода (0.25 -1.0 МПа) на скорость гидрирования подсолнечного масла на катализаторе 1.0% Pt/Д при температурах 90, 110 и 130 °С, Соотношение катализатора и масла равна 1:1000, скорость перемешивания 800 об/мин.

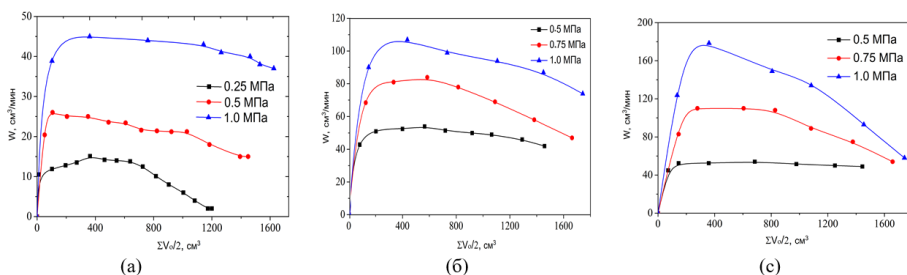


Рисунок 6 – Кинетические кривые гидрирования подсолнечного масла на катализаторе 1.0%Pt/D при температуре (а) 90 °С, (б) 110 °С, (в) 130 °С

Из кинетических кривых (рис.6) видно что при увеличении давления водорода от 0.25 до 1.0 МПа скорость гидрирования повышается в 3 раза. Следует отметить, что при давлении 1.0 МПа скорость реакции резко снижается с повышением температуры, что связано с дефицитом активной формы водорода на поверхности катализатора при высоких температурах. Это подтверждается и тем фактом, что при температурах выше 140 °С процесс гидрирования подсолнечного масла на данном платиновом катализаторе полностью подавляется даже при высоком давлении водорода. Полученные результаты свидетельствуют о том, что активной формой водорода на платиновом катализаторе является относительно слабо связанный атомарный водород, десорбирующийся с поверхности катализатора при температуре выше 140 °С (рис.3). Платиновые катализаторы могут проявлять активность в реакциях гидрирования и при более высоких температурах, однако следует при этом учитывать их различия в природе и строении носителя, степени взаимодействия между металлом и носителем, способах и условиях приготовления и восстановления. В таблицах 2-4 приведены жирнокислотные составы образцов подсолнечного масла гидрированных при различных давлениях водорода.

Таблица 2 – Жирно-кислотный состав саломасов, полученных гидрированием подсолнечного масла на 1.0% Pt/D, $t = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$

Жирнокислотный состав (мас. %)	Исходное масло	0.25 МПа	0.5 МПа	1.0 МПа
C14:0	0.1	0.1	0.1	0.1
C16:0	6.5	6.6	6.8	6.9
C18:0	4.0	22.7	23.8	22.8
C18:1c	21.2	33.8	38.0	37.5
C18:1t	0.2	4.2	4.8	3.7
C18:2c	65.7	29.3	23.1	26.1
C18:2t	0.9	1.0	0.8	0.7
C20:0	0.3	0.3	0.3	0.3
C22:0	0.6	0.6	0.7	0.7
Σ транс изомеров, (%)	1.04	5.2	5.6	4.4
Йодное число, г I ₂ /100г	133.7	85.0	80.1	80.8

Таблица 3 – Жирнокислотный состав саломасов, полученных гидрированием подсолнечного масла на 1.0% Pt/Д, t = 110 °С

Жирнокислотный состав (мас. %)	Исходное масло	0.5 МПа	0.75 МПа	1.0 МПа
C14:0	0.1	0.1	0.1	0.1
C16:0	6.5	6.8	6.9	6.9
C18:0	4.0	20.0	21.0	21.4
C18:1c	21.2	36.8	35.4	36.3
C18:1t	0.2	5.3	4.3	4.0
C18:2c	65.7	27.7	28.7	28.1
C18:2t	0.9	1.2	0.8	0.7
C20:0	0.3	0.3	0.3	0.2
C22:0	0.6	0.8	0.7	0.7
Σтранс изомеров, (%)	1.0	6.5	5.1	4.7
Йодное число, г I ₂ /100г	133.7	86.5	86.5	85.5

Таблица 4 – Жирнокислотный состав саломасов, полученных гидрированием подсолнечного масла на 1.0% Pt/Д, t = 130 °С

Жирнокислотный состав (мас. %)	Исходное масло	0.5 МПа	0.75 МПа	1.0 МПа
C14:0	0.1	0.1	0.1	0.1
C16:0	6.5	6.8	6.9	6.7
C18:0	4.0	22.2	21.0	21.1
C18:1c	21.2	38.4	38.0	37.8
C18:1t	0.2	8.8	5.8	5.5
C18:2c	65.7	20.7	24.7	25.0
C18:2t	0.9	1.0	1.2	1.1
C20:0	0.3	0.3	0.3	0.3
C22:0	0.6	0.7	0.8	0.7
Σтранс изомеров, (%)	1.04	9.8	7.0	6.6
Йодное число, г I ₂ /100г	133.7	80.1	83.0	83.1

Из приведенных в таблицах 2 и 3 результатов видно, что при температурах 90 и 110 °С при увеличении давления водорода от 0.25 МПа до 1.0 МПа количество образующихся транс-изомеров C18:1 уменьшается от 4.2 % до 3.7 % и от 5.3 до 4.0 % соответственно. При более высокой температуре (130 °С) при давлении 0.5 МПа, как уже отмечалось выше, содержание транс-изомеров увеличивается до 8.8%, понижаясь до 1.0 МПа при этой же температуре (табл. 4). Полученные результаты свидетельствуют о том, что при низких температурах (90-120 °С) достаточным является давление водорода до 0.5 МПа, а при температуре выше 120 °С требуется повышение давления водорода выше 0.5 МПа для устранения дефицита активной формы водорода на поверхности катализатора. Повышение давления водорода в ходе гидрирования растительного масла, изменяет соотношение концентрации молекул триглицерида и активной формы

водорода на поверхности катализатора. Жирнокислотный состав продуктов гидрирования подсолнечного масла в различных давлениях водорода, на никелевом катализаторе приведен в таблице 5.

Таблица 5 – Влияние давления водорода на процесс гидрирования подсолнечного масла на никелевом катализаторе ($t = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Жирнокислотный состав (мас. %)	Исходное масло	0.25 МПа	0.5 МПа	0.75 МПа	1.0 МПа
C14:0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
C16:0	6.5	6.4	6.5	6.4	6.2
C18:0	4.0	14.4	13.2	13.4	12.8
C18:1c	21.2	37.4	36.4	44.8	35.3
C18:1t	0.2	19.7	14.4	14.5	15.8
C18:2c	65.7	17.6	25.8	16.3	26.1
C18:2t	0.9	1.8	1.6	2.2	1.9
C20:0	0.3	0.3	0.3	0.2	0.2
C22:0	0.6	0.8	0.7	0.7	0.7
<i>Транс</i> изомеров, (%)	1.0	21.5	16.0	16.7	17.7
Йодное число, г I ₂ /100г	133.7	82.7	89.4	83.2	91.4

Как видно из приведенных данных (табл.5), повышение давления водорода приводит к резкому увеличению скорости реакции и сокращению времени гидрирования, но при этом содержание транс-изомеров в саломасе снижается лишь незначительно и остается довольно высоким (выше 14%). Полученные результаты свидетельствуют о невысокой селективности никелевого катализатора, т.е. наряду с гидрированием линолевой кислоты имеет место гидрирование олеиновой кислоты. Высокая селективность платинового катализатора объясняется не условиями проведения процесса гидрирования, а природой катализатора, т.е. наличием на поверхности катализатора относительно слабо связанной атомарной формы водорода, которая десорбируется при температуре выше 140 °С.

4. Заключение

В результате лабораторных тестирований установлено, что платиновый катализатор, в отличие от никелевого катализатора, проявляет высокую стероселективность и позволяет значительно снизить содержание транс-изомеров в продуктах реакции. Высокая селективность платинового катализатора объясняется наличием на поверхности катализатора относительно слабо связанной атомарной формы водорода, которая десорбируется при температуре выше 140 °С и не гидрирует олеиновую кислоту. На платиновом катализаторе, оптимизируя условия проведения процесса, гидрирования можно снизить содержание транс-изомеров в саломасе до 3-4%. Высокая активность и низкая селективность никелевых и палладиевых катализаторов объясняется широким набором на их

поверхности крепко связанного адсорбированного водорода, десорбирующегося в интервале от 200 до 600 °С. В процессе исследования на платиновом катализаторе было установлено, что при низких температурах (90-120 °С) оптимальным является давление водорода до 0.5 МПа, а при температуре выше 120 °С требуется повышение давления водорода выше 0.5 МПа для устранения дефицита активной формы водорода на поверхности катализатора.

Благодарность. Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан в рамках проекта AP14871087.

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

КҮНБАҒЫС МАЙЫН ГИДРЛЕУГЕ АРНАЛҒАН ЖАҢА СТЕРЕОСЕЛЕКТИВТІ КАТАЛИЗАТОРЛАР

Қ. Тоштай*, Ә. Б. Әуезов

Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан

*E-mail: kainaubek.toshtay@gmail.com

Түйіндемe: *Kіріспе.* Бұл жұмыс май қышқылдарының трансизомерлерін айтарлықтай төмендететін кунбағыс майын гидрлеу үшін жаңа стереоселективті катализаторларды құруға арналған. Өнеркәсіпте қолданылатын никель катализаторларында транс май қышқылдарының мөлшері 30% дейін жетуі мүмкін. Катализатор ретінде диатомитке (өңделген табиғи саз) 0,2-ден 1%-ға дейін отырғызылған платина ұсынылады. *Әдістемe.* Гидрлеу сутегі қысымы 0,25-1,0 МПа және 90 -110 °С аралығында, сыртқы диффузиялық тежелуді болдырмайтын автоклава жүргізілді. *Нәтижелер және талқылау.* Барлық жағдайларда май қышқылдарының изомерлер мөлшері хроматографиялық әдіспен анықталды, бұл сутегі қысымы мен реакция температурасы өзгерген кезде май қышқылдарының изомерлері мөлшерін алғаш рет анықтауға мүмкіндік берді. Бұл май қышқылдарының гидрленуі кезінде олардың стереоизомерлік құрамының өзгеру заңдылықтарын белгілеуге мүмкіндік береді. Катализаторлар ТПД, БЭТ, ПЭМ және т.б. физикалық әдістермен сипатталды, бұл катализатор белшектерінің өлшемдерін, адсорбцияланған сутектің формасын, меншікті және металл беттерін бағалауға мүмкіндік береді. *Қорытынды.* Зерттелетін катализаторлардың белсенділігі мен стереоселективтілігін осы сипаттамаларға байланыстыруға әрекет жасалды. Платина катализаторларындағы транс-май қышқылдарының мөлшері практикада қолданылатын никель катализаторларына қарағанда екі-үш есе төмен екендігі көрсетілген.

Түйін сөздер: гидрлеу, кунбағыс майы, платина, никель, катализатор, стероселективтілік, май қышқылдарының транс изомерлері

Кайнаубек Тоштай

PhD, аға оқытушы

Али Байдильдаевич Ауезов

Химия ғылымдарының кандидаты

Список литературы

1. Sarno M., Iuliano M., Viscusi G., Zarli A., Ciambelli P. A. Nickel/palladium/ruthenium-graphene based nanocatalyst for selective catalytic hydrogenation of vegetable oils. *Ind Crops Prod.*, **2021**, 170, Article 113815. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2021.11381>
2. 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. DOI: 10.1056/NEJMra054035
3. Niforou A., Magriplis E., Klinaki E., Niforou K., Naska A. On account of trans fatty acids and cardiovascular disease risk—there is still a need to upgrade the knowledge and educate consumers. *Nutr Metab Cardiovasc Dis.*, **2022**, 32. 1811-1818. <https://doi.org/10.1016/j.numecd.2022.05.010>

4. World Health Organization. Eliminating trans fats in Europe: a policy brief. – 2015.
5. World Health Organization. A comprehensive global monitoring framework including indicators and a set of voluntary global targets for prevention and control of noncommunicable disease // Second WHO Discussion Paper. Geneva. – 2012. URL: http://www.int/nmh/events/2012/discussion_peper2_20120322.pdf
6. Ghebreyesus T. A., Frieden, T. R. REPLACE: a roadmap to make the world trans fat free by 2023. *The Lancet.*, **2018**, 39, 1978-1980. [https://doi.org/10.1016/S0140-6736\(18\)31083-3](https://doi.org/10.1016/S0140-6736(18)31083-3)
7. On Adoption of Technical Regulations of the Customs Union "Technical Regulations for Fat and Oil Products"(TR CU 024/2011)
8. Tonetto G.M., Sanchez M.J.F., Ferreira M.L., Damiani D.D. Partial hydrogenation of sunflower oil: use of edible modifiers of the cis/trans-selectivity. *J Mol Catal A Chem.*, **2009**, 299, 88–92. <https://doi.org/10.1016/j.molcata.2008.10.030>
9. Menaa F., Menaa A., Tréton J., Menaa B. Technological approaches to minimize industrial trans fatty acids in foods. *J Food Sci.*, **2013**, 78, R377-R386. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.12055>
10. Troncoso F. D., Pedrozo H. A., Tonetto G. M. Vegetable oil hydrogenation over Pt monolithic and powder catalysts: Experimental and modeling study. *Chem Eng Technol.*, **2022**, 45, 2323-2333. <https://doi.org/10.1002/ceat.202200233>
11. Albrand P., Julcour C., Veyrine F., Billet A. M. Sunflower oil hydrogenation mechanisms and kinetics. *Chem Eng Technol.*, **2021**, 420, 129-854. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.129854>
12. Toshtay K., Auezov A., Korkembay Z., Toktassynov S., Azat S., Nurakyshev A. Partial hydrogenation of sunflower oil on platinum catalysts: Influence of process conditions on the mass content of geometric isomers. *Mol Catal.*, **2021**, 513, 111-819. <https://doi.org/10.1016/j.mcat.2021.111819>
13. Cepeda E. A., Iriarte-Velasco U., Calvo B., Sierra I. Hydrogenation of sunflower oil over M/SiO₂ and M/Al₂O₃ (M= Ni, Pd, Pt, Co, Cu) catalysts. *J Am Oil Chem Soc.*, **2016**, 93, 731-741. <https://doi.org/10.1007/s11746-016-2815-8>
14. Belkacemi K., Boulmerka A., Arul J., Hamoudi S. Hydrogenation of vegetable oils with minimum trans and saturated fatty acid formation over a new generation of Pd-catalyst. *Top Catal.*, **2006**, 37, 113-120. <https://doi.org/10.1007/s11244-006-0012-y>
15. Stathis P., Stavroulaki D., Kaika N., Krommyda K., Papadogianakis G. Low trans-isomers formation in the aqueous-phase Pt/TPPTS-catalyzed partial hydrogenation of methyl esters of linseed oil. *Appl. Catal. B: Environ.*, **2017**, 209, 579-590. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2017.03.032>
16. Jung M. O., Ju J. W., Choi D. S., Yoon S. H., Jung M. Y. CLA formation in oils during hydrogenation process as affected by catalyst types, catalyst contents, hydrogen pressure, and oil species. *J Am Oil Chem Soc.*, **2002**, 79, 501-510. <https://doi.org/10.1007/s11746-002-0512-8>
17. 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/10.1134/S2070050420010109>
18. Toshtay K., Auezov A.B., Bizhanov Z.A., Yeraliyeva A.T., Toktasinov S.K., Kudaibergen B., Nurakyshev A. Effect of catalyst preparation on the selective hydrogenation of vegetable oil over low percentage Pd/diatomite catalysts. *Eurasian Chem Tech J.*, **2015**, 17, 33-39. <https://doi.org/10.18321/ectj192>
19. GOST 31754-2012 (2012) Vegetable oils, animals fats and products of their processing. Methods for determination of the contend of trans fatty acid isomers.
20. Thommes M., Kaneko K., Neimark A. V., Olivier J. P., Rodriguez-Reinoso F., Rouquerol J., Sing K. S. Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). *Pure Appl Chem.*, **2015**, 87, 1051–1069. <https://doi.org/10.1515/pac-2014-1117>.
21. Deliy I. V., Simakova I. L., Ravasio N., Psaro R. Catalytic behaviour of carbon supported platinum group metals in the hydrogenation and isomerization of methyl oleate. *Appl Catal A-Gen.*, **2009**, 357,170–177. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2009.01.026>

SORPTION EXTRACTION OF RHENIUM BY DIFFERENT IONITES FROM URANIUM SORPTION COLUMNS

D.Zh. Tolbay¹, Zh.Zh. Bekishev^{1*}, A.G. Ismailova¹, E.V. Zlobina¹,
Kh.S. Tassibekov², T.K. Jumadilov², Z.A. Iskakov³, B.Zh. Toksanbayev³,
A.T. Kumarbekova³, A.S. Fomenko³

¹ Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

² A.B. Bekturov Institute of Chemical Sciences, Almaty, Kazakhstan

³ LLP 'Institute of High Technologies', Almaty, Kazakhstan

*E-mail: zhenis.bekishev@gmail.com

Abstract. *Introduction.* This text discusses the importance of rhenium in modern science and technology, particularly its significance in various production spheres due to its properties. *The purpose of this work is* extracting rhenium is the mother liquors of uranium production. However, due to its low concentration in raw materials, research into more advanced extraction methods is necessary. One such method is sorption extraction of rhenium. Currently, extensive research is being conducted to obtain highly effective sorbents for rhenium. Among the most promising are ion-exchange resins such as Purolite A660/4759, Puromet MTS9300, SQD 201U, and Biolite 200U. Conditions for rhenium sorption using these resins from standard, model, and mother solutions under various acidity levels have been studied, along with conditions for desorption of this metal from the sorbents. The latter two, SQD 201U and Biolite 200U, demonstrated high efficiency. *Conclusion.* They exhibited high rhenium sorption results from acidic solutions, showing high selectivity in both sorption and desorption concerning rhenium. Their sorption capacity for rhenium in strongly acidic solutions exceeded 21 mg/g. When sorbing from model and mother solutions, these sorbents showed a rhenium sorption degree exceeding 60%. During desorption, the rhenium desorption degree from these sorbents using a mixture of acids reached values higher than 85%. Therefore, ion-exchange resins SQD 201U and Biolite 200U perform well in industrial solution conditions, allowing their use in extracting rhenium from uranium mother liquors.

Keywords: rhenium, sorption, model solution, uranium sorption mother liquor, anion exchange resins, desorption

<i>Tolbay Dinmuhammed</i>	<i>Master of Chemical Sciences, e-mail: d.tolbay@mail.ru</i>
<i>Bekishev Zhenis Zhumakhanovich</i>	<i>Master of Technical Sciences, e-mail: zhenis.bekishev@gmail.com</i>
<i>Ismailova Akmaral Gazizovna</i>	<i>Candidate of Chemical Sciences, e-mail: akmaral.ismailova@kaznu.kz</i>
<i>Zlobina Elena Viktorovna</i>	<i>Candidate of Chemical Sciences, e-mail: elena.zlobina@kaznu.kz</i>
<i>Tassibekov Khaidar Suleimenovich</i>	<i>Candidate of Chemical Sciences, e-mail: kh.tassibekov@ihn.kz</i>

Citation: Tolbay D.Zh., Bekishev Zh.Zh., Ismailova A.G., Zlobina E.V., Tasibekov Kh.S., Dzhumadilov T.K., Iskakov Z.A., Toksanbayev B.Zh., Kumarbekova A.T., Fomenko A.S. Sorption extraction of rhenium by different ionites from uranium sorption columns. *Chem. J. Kaz.*, **2023**, 4(84), 142-150. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2023-4.2710-1185.47>

Jumadilov Talkybek Kozhataevich	<i>Doctor of Chemical Sciences, e-mail: jumadilov@mail.ru</i>
Iskakov Zaken Alisherovich	<i>Master of Chemical Sciences, e-mail: z.Iskakov@iht.kazatomprom.kz</i>
Toksanbaev Bolatbek Zhakypbekovich	<i>PhD of Technical Sciences, e-mail: b.toksanbaev@iht.kazatomprom.kz</i>
Kumarbekova Almira Tursbekovna	<i>Candidate of Chemical Sciences, e-mail: a.t.kumarbekova@iht.kazatomprom.kz</i>
Fomenko Artyom Sergeevich	<i>Candidate of Chemical Sciences, e-mail: a.s.fomenko@iht.kazatomprom.kz</i>

СОРБИЦИОННОЕ ИЗВЛЕЧЕНИЕ РЕНИЯ РАЗЛИЧНЫМИ ИОНИТАМИ ИЗ МАТОЧНИКОВ СОРБЦИИ УРАНА

*Д.Ж. Толбай*¹, *Ж.Ж. Бекишев*^{1*}, *А.Г. Исмаилова*¹, *Е.В. Злобина*¹, *Х.С. Тасибеков*²,
*Т.К. Джумадилов*², *З.А. Искаков*³, *Б.Ж. Токсанбаев*³, *А.Т. Кумарбекова*³, *А.С. Фоменко*³

¹ *КазНУ имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан*

² *НИИ химических наук имени А.Б. Бектурова, Алматы, Казахстан*

³ *ТОО «Институт высоких технологий», Алматы, Казахстан*

**E-mail: zhenis.bekishev@gmail.com*

Резюме. *Введение.* Рений в современной науке и технике имеет очень важное значение. Его свойства позволяют использовать его во многих сферах производства. В Казахстане одним из перспективным источником выделения рения являются маточные растворы уранового производства. Но в силу его низкого содержания в сырье необходимы исследования наиболее передовых способов его извлечения. Одним из таких методов является метод сорбционного извлечения рения. *Целью данной работы* является проведение исследований по поиску высокоэффективных сорбентов для рения. В качестве наиболее перспективных нами были рассмотрены ионообменные смолы Purolite A660/4759, Puromet MTS9300, SQD 201U и Biolite 200U. Были изучены условия сорбции рения этими смолами из стандартного, модельного и маточного растворов в разных условиях кислотности, а также условия десорбции этого металла из сорбентов. Из названных сорбентов была подтверждена высокая эффективность последних двух. *Заключение.* SQD 201U и Biolite 200U показали высокие результаты сорбции рения из кислых растворов, высокую избирательность как сорбции, так и десорбции по отношению к рению. Их сорбционная емкость по рению в сильно кислых растворах превысила показатель в 21 мг/г. При сорбции из модельных и маточных растворов эти сорбенты показали степень сорбции рения выше 60%. При десорбции из них рения смесью серной кислоты и нитрата аммония степень десорбции рения достигла значений выше 85%. Таким образом, иониты SQD 201U и Biolite 200U хорошо показывают себя в условиях производственных растворов, что позволяет использовать их для извлечения рения из урановых маточников.

Ключевые слова: рений, сорбция, модельный раствор, маточник сорбции урана, аниониты, десорбция

Толбай Динмухаммед Жамбылович	<i>Магистр химических наук</i>
Бекишев Женис Жумаханович	<i>Магистр технических наук</i>
Исмаилова Акмарал Газизовна	<i>Кандидат химических наук</i>
Злобина Елена Викторовна	<i>Кандидат химических наук</i>
Тасибеков Хайдар Сулейменович	<i>Кандидат химических наук</i>
Джумадилов Талкыбек Кожотаевич	<i>Доктор химических наук</i>
Искаков Закен Алишерович	<i>Магистр химических наук</i>

<i>Токсанбаев Болатбек Жакыпбекович</i>	<i>PhD технических наук</i>
<i>Кумарбекова Альмира Турсебековна</i>	<i>Кандидат химических наук</i>
<i>Фоменко Артём Сергеевич</i>	<i>Кандидат химических наук</i>

1. Введение

Рений получают в Казахстане в виде перрената аммония из растворов меди, молибдена и свинца. Сорбционные и ионообменные методы широко используются для извлечения перренат-ионов из больших объемов многокомпонентных сульфатных, нитратных, хлоридных растворов и промышленных сточных вод, полученных при выщелачивании концентратов и продуктов их переработки, а также из других отходов с использованием импортных активированных углей на основе каменноугольной смолы, растительного сырья и синтетических анионитов [1].

В еще одной работе был изучен процесс сорбции рения с помощью анионита на основе 4-винилпирида и дивенилбензола. Сорбент имеет сульфатные функциональные группы и является сильным анионообменником [2].

Также в работе [3] был изучен процесс сорбции рения анионообменником на основе силика-хитозана.

В работе [4] была изучена сорбция рения гибридным органически-неорганическим анионообменником на основе силиката.

Десорбцию рения из низкоосновных смол проводят 2-6 М растворами аммиака при 80°C [5–6], для десорбции металла из сильноосновных анионитов применяют более химически активные вещества: минеральные кислоты, роданид аммония, нитрат аммония и т.д. [7].

Для извлечения рения из фильтратов после сорбции урана на одном из уранодобывающих предприятий АО НАК «Казатомпром» были использованы следующие сорбенты: Ambersep 920U, Purolite A170, S500. Фильтраты представляли собой слабокислые растворы с минерализацией около 30 г/дм³. Исследования показали, что оптимальные для сорбции рения ионообменными смолами являются Ambersep 920U и Purolite A170, также был предложен способ переработки ренийсодержащих десорбатов от аммиачной десорбции смолы A170 на смоле Ambersep 920U. Сорбция рения из растворов урана анионообменником Ambersep 920U была изучена также авторами работы [8].

Цель работы – исследование сорбционно-десорбционного извлечения рения из маточного раствора уранового производства различными промышленными синтетическими ионитами.

Задачи исследования:

- Исследование сорбционно-десорбционного извлечения рения из модельных растворов.

- Проведение лабораторных испытаний по сорбционно-десорбционному концентрированию рения из маточного раствора уранового производства.

2. Экспериментальная часть

2.1 Исследование сорбционного извлечения рения из модельных растворов

Сорбцию рения проводили в статических условиях, в качестве сорбентов, потенциально способных удовлетворить потребности в извлечении рения из урановых месторождений, были изучены четыре ионита: Purolite A660/4759, Puromet MTS9300, SQD 201U и Biolite 200U.

Сорбцию рения проводили из модельного раствора состав, которого был приближенным к маточнику сорбции урана (МСУ). В качестве исходного раствора при проведении исследований использовался МСУ одного из урановых рудников АО «НАК «Казатомпром», состав которого приведен в таблице 1.

Таблица 1 – Состав исходного МСУ и модельного раствора

Наименование	pH	Re, мг/л	NO ₃ ⁻ , г/л	SO ₄ ²⁻ , г/л	Cl ⁻ , г/л	Fe, г/л
МСУ	2.2	0.359	0.25	5.5	1.6	0.37
Модельный раствор	-	0,35	1.0	6.0	1.5	0.4

Модельный раствор готовили добавлением рассчитанных количеств солей на 1 литр раствора. Состав модельного раствора был подготовлен с учётом конкурирующих ионов: хлоридов, сульфатов и нитратов, которые приведены в таблице 1.

Содержание рения контролировали в водном растворе после сорбции методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP-MS 7500a). Извлечение изучали сорбентами SGD 201U; Biolait 200U; Puromet MTS 9300 и Purolite A660/4759 в статическом режиме при комнатной температуре.

Показана кинетическая зависимость степени извлечения рения, которые представлены на рисунке 1.

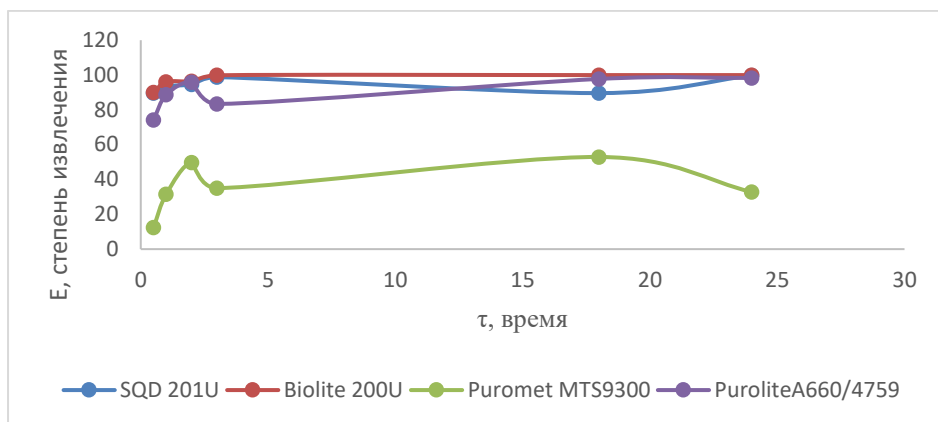


Рисунок 1 - Кинетическая зависимость степени извлечения рения

Как следует из рисунка 1, ионообменные смолы имеют разную сорбционную способность и скорость извлечения рения из модельного раствора. Если расположить ионообменные смолы по уменьшению скорости сорбции рения, то получим следующий ряд: Biolite 200U > SQD 201U > Purolite A660/4759 > Puromet MTS9300.

Для дальнейшего исследования были проведены эксперименты по десорбции ионообменных смол.

2.2 Исследование десорбционного извлечения рения из ионообменных смол.

Десорбцию рения проводят методом элюации. Элюацией называется процесс извлечения металлов из ионообменных смол различными растворами. В качестве элюента была выбрана 2М серная кислота (H_2SO_4) по причине доступности и коммерческого применения серной кислоты на урановом производстве для выщелачивания руды. Результаты десорбции рения представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Степень извлечения при десорбции рения из ионообменных смол различных марок

SQD 201U	Biolite 200U	Puromet MTS9300	Purolite A660/4759
Степень десорбции, %	Степень десорбции, %	Степень десорбции, %	Степень десорбции, %
80.17	84.73	53.79	47.88

Из данных таблицы 2 следует, что рений наиболее эффективно десорбируется из ионообменной смолы марки **Biolite 200U**.

Как следует из таблицы 2, ионообменные смолы имеют разную десорбционную способность из ионообменных смол различных марок. Если расположить ионообменные смолы по увеличению степени десорбции рения, то получим следующий ряд: Biolite 200U > SQD 201U > Puromet MTS9300 > Purolite A660/4759.

2.3 Исследование сорбции из МСУ в статическом режиме

Предварительно была осуществлена подготовка ионообменных смол путем последовательной обработки раствором 5 % NaOH и водой для удаления органических остатков синтеза. Затем иониты выдерживались в течение суток в сернокислой среде для перевода в рабочую форму с последующей отмывкой водой до pH = 5.5 – 6.0.

Для исследований процесса сорбции ионитами тестируемых марок применялся статический метод испытаний. Анализ подвергался исходный МСУ и раствор после сорбции. По результатам анализа данных растворов осуществлялся расчет СОЕ (мкг/г) и степени извлечения рения в объем ионита.

Анализ проб растворов осуществлялся с применением спектрального метода на приборе квадрупольный масс-спектрометр с индуктивно связанной плазмой серия ICAP-Qc фирмы Thermo Fisher Scientific (далее ИСП МС).

График изменения показателя извлечения рения с течением времени сорбции представлен на рисунке 2.

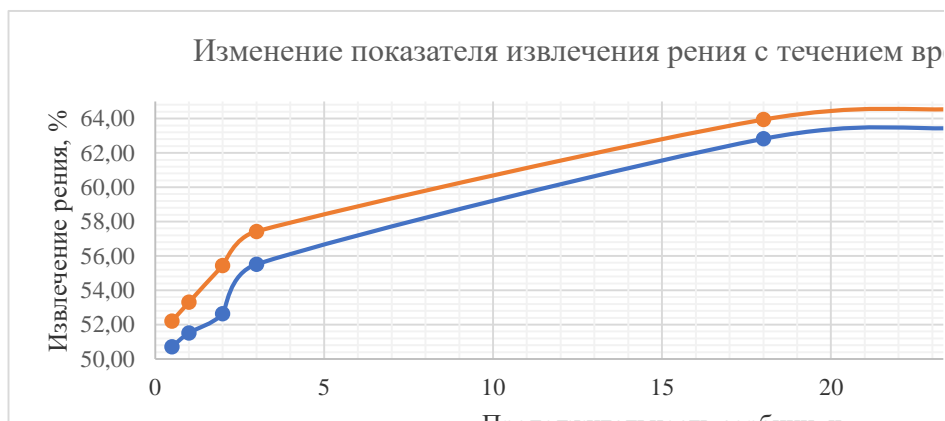


Рисунок 2 - Показатели извлечения рения с течением времени

По представленным табличным и графическим данным видно, что сильноосновный макропористый анионит марки Violite 200U демонстрирует преимущественные показатели: извлечение рения – 64.57%, чему соответствует значение СОЕ – 22.60 мкг/г. Для сравнения, достигнутые показатели при сорбции анионитом SQD 201U несколько ниже и, соответственно, составили: 63.46 % и 22.2 мкг/г.

2.4. Исследования десорбция рения из сильноосновных анионообменных смол

Из практического мирового и опыта экспериментальных исследований известно, что для десорбции рения из сильноосновных анионообменных смол применяются нитратные растворы. Эксперименты по десорбции рения осуществлялись в статическом режиме при комнатной температуре.

В таблице 3 представлены результаты экспериментов по десорбции.

Таблица 3 – Составы десорбирующего раствора и показатели извлечения рения

Наименование	Состав десорбирующего раствора	
	250 г/дм ³ NH ₄ NO ₃ + 20 г/дм ³ H ₂ SO ₄	100 г/дм ³ NH ₄ NO ₃ + 20 г/дм ³ H ₂ SO ₄
	Извлечение, %	
SQD 201U	86.8	58.84
Biolite 200U	87.0	56.9

При использовании десорбирующего раствора (ДР) состава: 250 г/дм³ NH₄NO₃ + 20 г/дм³ H₂SO₄ достигаются более высокие показатели.

Выводы

1. При сорбции рения из стандартных растворов наилучшие результаты в широком диапазоне кислотности показали анионообменники Biolite 200U и SQD 201U.

2. Были подготовлены модельные растворы в соответствии с отобранными пробами маточника сорбции уранового производства, химический состав которого: Re – 0.35 мг/л, NO₃⁻ - 1.0 мг/л, SO₄²⁻ - 6.0 мг/л, Cl⁻ 1.5 мг/л, Fe – 400 мг/л.

3. Исследование сорбции рения из модельного раствора 4-мя марками ионообменных смол имеют разную сорбционную способность. Сорбенты Biolite 200U и SQD 201U показали наилучшие результаты, а именно степень извлечения составила 99.96 и 99.76% соответственно. При сорбции рения из маточников сорбции урана наиболее эффективный показатель извлечения демонстрирует анионит марки Biolite 200U, который составил 64.57%.

4. После сорбции рения из модельного раствора, проведена десорбция серной кислотой из сорбентов Biolite 200U и SQD 201U, степень извлечения которых составили 84.73% и 80.17% соответственно. Определён оптимальный десорбирующий раствор из маточника сорбции урана, имеющий следующий состав: 250 г/дм³ NH₄NO₃ + 20 г/дм³ H₂SO₄. Наилучший результат по десорбции сорбента Biolite 200U составляет 87%.

УРАН СОРБЦИЯЛЫҚ МАТЕРИАЛДАРДАН ТҮРЛІ ИОН АЛМАСТЫРУ АРҚЫЛЫ РЕНИЙДІ СОРБЦИЯЛЫҚ АЛУ

Д.Ж. Толбай¹, Ж.Ж. Бекішев^{1*}, А.Г. Исмаилова¹, Е.В. Злобина¹,
Х.С. Тасібекөв², Т.К. Дәжүмадилов², З.А. Искаков³, Б.Ж. Токсанбаев³, А.Т. Кумарбекова³, А.С. Фоменко³

¹ Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан

² А.Б. атындағы Химия ғылымдары ғылыми-зерттеу институты. Бектұрова, Алматы, Қазақстан

³ «Жоғары технологиялар институты» ЖШС, Алматы қ., Қазақстан

* E-mail: zhenis.bekishev@gmail.com

Түйіндеме. *Kіріспе.* Қазіргі ғылым мен техникада ренийдің маңызы өте зор. Оның қасиеттері оны өндірістің көптеген салаларында қолдануға мүмкіндік береді. Қазақстанда ренийді шығарудың перспективті көздерінің бірі уран өндірісінің аналық ерітінділері болып табылады. Бірақ оның шикізат құрамында аз болуына байланысты оны алудың ең озық әдістерін зерттеу қажет. Осы әдістердің бірі ренийді сорбциялық экстракциялау әдісі болып табылады. *Бұл жұмыстың мақсаты* ренийге жоғары тиімді сорбенттер іздеу бойынша зерттеулер жүргізу болып табылады. Біз Purolite A660/4759, Puromet MTS9300, SQD 201U және Biolite 200U ең перспективалы ион алмастырғыш шайырларды қарастырдық. Өртүрлі қышқылдық жағдайында стандартты, үлгілік және аналық ерітінділерден ренийді осы шайырлармен сорбциялау жағдайлары, сонымен қатар осы металды сорбенттерден десорбциялау жағдайлары зерттелді. Аты аталған сорбенттердің ішінде соңғы екеуінің жоғары тиімділігі расталды. *Қорытынды.* SQD 201U және Biolite 200U ренийді қышқыл ерітінділерден сорбциялауда жоғары нәтиже көрсетті, ренийге қатысты сорбцияның да, десорбцияның да жоғары селективтілігін көрсетті. Күшті қышқыл ерітінділердегі ренийге олардың сорбциялық қабілеті 21 мг/г асты. Модельдік және аналық ерітінділерден сорбциялау кезінде бұл сорбенттер 60%-дан жоғары рений сорбция дәрежесін көрсетті. Ренийді олардан қышқылдар қоспасымен десорбциялағанда, рений десорбциясының дәрежесі 85%-дан жоғары мәндерге жетті. Осылайша, SQD 201U және Biolite 200U ион алмастырғыштары өндірістік ерітінді жағдайында жақсы жұмыс істейді, бұл оларды уранның аналық ерітінділерінен ренийді алу үшін пайдалануға мүмкіндік береді.

Түйінді сөздер: рений, сорбция, үлгі ерітінді, уран сорбциялық аналық ерітінді, анион алмастырғыштар, десорбция

Толбай Дінмұхаммед Жамбылұлы	<i>Химия ғылымдарының магистрі</i>
Бекишев Жеңіс Жұмаханұлы	<i>Техника ғылымдарының магистрі</i>
Исмаилова Ақмарал Ғазизқызы	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
Злобина Елена Викторовна	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
Тасибеков Хайдар Сүлейменұлы	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
Джумадилов Талқыбек Қожатайұлы	<i>Химия ғылымдарының докторы</i>
Искаков Зәкен Әлішерұлы	<i>Химия ғылымдарының магистрі</i>
Токсанбаев Болатбек Жақыпбекұлы	<i>Техника ғылымдарының PhD</i>
Құмарбекова Альмира Турсбековна	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
Фоменко Артём Сергеевич	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>

Список литературы:

1. Wang Y., Wang C. (2018). Recent advances of rhenium separation and enrichment in China: Industrial processes and laboratory trials. Chinese Chemical Letters, 29, 345–352. <https://doi.org/10.1016/j.ccl.2018.01.001>
2. Chen L., Yin X., Yu Q., Lu S., Meng F., Ning S. (2018). Rapid and selective capture of perhenate anion from simulated groundwater by a mesoporous silica-supported anion exchanger. Microporous and Mesoporous Materials, 274, 155–162. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2018.07.029>
3. Cui J., Li W., Song X., Zhang Z., Yu H., Shan W., Xiong Y. (2021). Microwave-assisted one-pot rapid synthesis of mesoporous silica-chitosan composites for efficient recovery of rhenium(VII). Separation and Purification Technology, 277, 119497. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2021.119497>
4. Shan W., Zhang Y., Shu Y., Zhang D., Xing C., Xiong Y. (2021). Enhanced adsorption and separation of Re (VII) using organic-inorganic hybrid silica adsorbent. Microporous and Mesoporous Materials, 317, 110996. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2021.110996>

5. Lou Z., Xing S., Xiao X., Shan W., Xiong Y., Fan Y. (2018). Selective adsorption of Re(VII) by chitosan modified with imidazolium-based ionic liquid. *Hydrometallurgy*, 179, 141–148. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2018.05.025>
6. Melchakova O. V., Pestov A. V., Pechishcheva N. V., Shunyaev K.Y. (2019). Perrhenate-ions adsorption by N-substituted chitosan derivatives. *Russian Chemical Bulletin*, 68, 521–526. <https://doi.org/10.1007/s11172-019-2448-9>
7. Gedgagov E.I., Zakhar'yan S. V., Zakhar'yan D. V. (2018). Fine Purification of Rhenium to Remove Polyanions during Selective Desorption from a Strongly Basic Anion Exchanger in Schemes for Obtaining Ammonium Perrhenate. *Theoretical Foundations of Chemical Engineering*, 52, 912–919. <https://doi.org/10.1134/S004057951805010>
8. Shen L., Tesfaye F., Li X., Lindberg D., Taskinen P. (2021). Review of rhenium extraction and recycling technologies from primary and secondary resources. *Minerals Engineering*, 161, 106719. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2020.106719>

СВЕТЛОЙ ПАМЯТИ ВЕЛИКОГО УЧЕНОГО

**ДАУРЕН ХАМИТОВИЧ СЕМБАЕВ
(1933-2015)**

*Выдающему ученому Казахстана, академику НАН РК,
доктору химических наук, профессору
Даурену Хамитовичу Сембаеву 3 октября 2023 года
исполнилось бы 90 лет со дня рождения
(1933-2015).*

Д.Х. Сембаев родился в г. Алма-Ате. Отец А.И. Сембаев был директором Сельскохозяйственного института, министром просвещения Казахской ССР, директором НИИ педагогики им. И. Алтынсарина, членом-корреспондентом Академии педагогических наук СССР. Мать, М.М. Сембаева, была доцентом кафедры ботаники Сельскохозяйственного института.

В 1956 г. Д.Х. Сембаев окончил Московский химико-технологический институт им. Д.И. Менделеева по специальности «Технология органических веществ». С 1956 г. он работал в Институте химических наук им. А.Б. Бектурова старшим лаборантом, младшим, старшим научным сотрудником, с 1972 г. заведующим лабораторией синтеза мономеров, после реорганизации в 1996-2010 гг. заведующим лабораторией нефтехимического синтеза. С 1994 по 1996 г. был академиком-секретарем Отделения химико-технологических наук и членом Президиума НАН РК. председателем

секции химико-технологических наук Высшего научно-технического Совета при Министерстве науки и высшего образования РК (1999), председателем секции химико-технологических наук рабочей группы Высшей научно-технической комиссии при Правительстве РК (2000).

В 1965 г. Д.Х. Сембаев защитил кандидатскую диссертацию, в 1982 г. - докторскую. В 1986 г. ему было присвоено ученое звание профессора. В 1994 г. Д.Х. Сембаев был избран членом-корреспондентом НАН РК, в 2003 год стал академиком НАН РК.

Основные направления научных исследований: разработка новых подходов к синтезу оксидных катализаторов, обладающих высокой эффективностью в окислении и окислительном аммонолизе ароматических соединений в кислоты, ангидриды, нитрилы и имиды, необходимые для синтеза полимеров, ионообменных смол, биологически активных веществ, лекарственных средств.

Результаты творческих поисков Д.Х. Сембаева и его учеников обобщены в монографии и более чем 500 научных статьях, более 50 авторских свидетельств и патентах, а также доложены на Международном конгрессе по катализу и Европейских конгрессах по катализу (1993, 1995, 1999). Его доклады были представлены на Советско-Японском (1970) и Казахстанско-Индийском (1999) семинарах по катализу. Под руководством Д.Х. Сембаева защищены 9 кандидатских и одна докторская диссертации.

Д.Х. Сембаев разработал принципы регулирования избирательности действия оксидных многокомпонентных ванадийсодержащих катализаторов путем направленного изменения реакционной способности оксида ванадия. На основе этих принципов под его началом созданы новые эффективные катализаторы и разработана их технология. Один из них стал предметом лицензионного и патентного соглашений (1993) между Институтом химических наук НАН РК и компанией Lonza (Швейцария), являющейся крупнейшим производителем витамина РР в мире. Катализатор запатентован в 55 странах мира: Республике Казахстан, США, Российской Федерации, Англии, Германии, Франции и др.

За успешную научную работу Даурен Хамитович награжден медалью «За доблестный труд в ознаменование 100-летия со дня рождения В.И. Ленина», грамотой Верховного Совета Казахской ССР и грамотами президиума НАН РК.

*Коллектив АО «Института Химических наук имени А.
Бектурова*

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 Әмірзақ 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_cН_dО_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 дамипетловых 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 MGTU «*Matematicheskoye 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, Kazakhstan

²Scientific 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-posledstviy> (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 кұпия 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 шақырылған 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 кұпиялылығына 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 редколлегией 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 18.12.2023г.
Формат 70x100 ¹/₁₆. 10.75п.л. Бумага офсетная. Тираж 300.

ТОО "Нурай Принт Сервис"
г. Алматы, ул. Муратбаева 75, офис 3
email: iparuna@yandex.ru