

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»

2(90)

АПРЕЛЬ – ИЮНЬ 2025 г.

ИЗДАЕТСЯ С ОКТЯБРЯ 2003 ГОДА

ВЫХОДИТ 4 РАЗА В ГОД

АЛМАТЫ
2025

Журналдың бас редакторы

Директор

Тасибеков Х.С. - х.ғ.к., ассоц. проф.

Редакция кеңесінің мүшелері:

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 академигі, т.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Зейналов Э.Б.**, Әзірбайжан ҰҒА корр.-мүшесі, х.ғ.д., проф. (Әзірбайжан); **Ибрагимов А.Б.**, х.ғ.д., проф. (Узбекистан); **Қадырбеков Қ.А.**, х.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Каюкова Л.А.**, х.ғ.д., проф. (Қазақстан); **Малмакова А.Е.**, Ph.D., қауымдастырылған проф. (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); **Жанпейісов Н.Ұ.**, х.ғ.к., проф., (Жапония); **Узакова Ж.Б.** (Техникалық хатшы).

«Қазақстанның химия журналы»

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

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

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

2003 жылы құрылған. Жылына 4 рет шығады.

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

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

© АҚ «Ө.Б. Бектұров атындағы
Химия ғылымдары институты», 2025

«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:

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.**, академик НАН РК, д.т.н., проф. (Казахстан); **Журинов М.Ж.**, академик НАН РК, д.х.н., проф. (Казахстан); **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.**, Ph.D., ассоц. проф. (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); **Жанпеисов Н.У.**, к.х.н., проф. (Япония); **Узакова Ж.Б.** (Технический секретарь).

«Химический журнал Казахстана».

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

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

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

Основан в 2003 г. Выходит 4 раза в год.

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

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

© АО «Институт химических наук
им. А. Б. Бектурова», 2025

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:

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.**, Academician 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); **Kadimbekov K.A.**, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Kayukova L.A.**, Doctor of Chemical Sciences, Prof. (Kazakhstan); **Malmakova A.E.**, Ph.D., Associate Professor (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); **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); **Zhanpeisov N.U.**, Candidate of Chemical Sciences, Professor (Japan); **Uzakova Zh.B.** (Executive Secretary).

«Chemical Journal of Kazakhstan»

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

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

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

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

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

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

DEVELOPMENT OF A BIOACTIVE COMPLEX WITH ANTI-INFLAMMATORY PROPERTIES

Zh.N. Uvaniskanova^{1*}, G.A. Seitimova¹, G.Sh. Burasheva¹, M.I. Choudhary²

¹Al-Farabi Kazakh National University, Faculty of Chemistry and Chemical Technology, Almaty, Kazakhstan

²International Center for Chemical and Biological Sciences, H.E.J. Research Institute of Chemistry and Dr. Panjwani Center for Molecular Medicine and Drug Research, University of Karachi, Karachi, Pakistan

*E-mail: zhuldyz.uvaniskanova@gmail.com

Abstract. The article presents the results of phytochemical studies conducted on tomato fruits (*Solanum lycopersicum* L.) and garlic cloves (*Allium sativum* L.) collected near Almaty (Kazakhstan), as well as jack bean seeds (*Canavalia ensiformis* (L.) DC.) and turmeric rhizomes (*Curcuma longa* L.) collected near Karachi (Pakistan). The study of biologically active compounds revealed a high level of phenols (2.02–2.86%) across all plant samples. Additionally, 3.34% of total amino acids were found in the seeds of *C. ensiformis*, while *C. longa* rhizomes contained 1.15% tannins. Colorimetric, chromatographic, and spectrophotometric methods were employed to determine chemical composition. In order to create a biologically active complex, four different ratios of plant raw materials were studied as a result of which a high content of extractive substances of the ASCC-2 composition (44.65%) was found in a 50% aqueous alcohol solution. The effective technological parameters that can be used to obtain a tank are considered. The ratio of raw materials and solvent 1:10, 40 °C, 60 min was determined by the optimal parameters during ultrasonic extraction of the ASCC-2 composition. The resulting extract was concentrated in a rotary evaporator at 40 °C, and then sent to a freeze dryer. The dry extract is colorless, well soluble in water, the pH value is 5.9. BAC showed high anti-inflammatory activity ($IC_{50} = 5.4 \pm 1.2$ µg/ml).

Keywords: extractive substances, ultrasonic extraction, BAC, flavonoids, anti-inflammatory activity.

<i>Uvaniskanova Zhuldyz Naimangazykyzy</i>	Master of engineering sciences, e-mail: zhuldyz.uvaniskanova@gmail.com
<i>Seitimova Gulnaz Absattarovna</i>	PhD, Associated Professor, e-mail: sitigulnaz@mail.ru
<i>Burasheva Gaukhar Shahmanovna</i>	Doctor of Chemical Sciences, Professor, e-mail: gauharbur@mail.ru
<i>Muhammad Iqbal Choudhary</i>	D.Sc., Ph.D., Professor, e-mail: iqbal.choudhary@iccs.edu

Citation: Uvaniskanova Zh.N., Seitimova G.A., Burasheva G.Sh., Choudhary M.I. Development of a bioactive complex with anti-inflammatory properties. *Chem. J. Kaz.*, 2025, 2(90), 5-14. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.17>

ҚАБЫНУҒА ҚАРСЫ ӘСЕРІ БАР БИОЛОГИЯЛЫҚ БЕЛСЕНДІ КЕШЕН АЛУ ЖОЛЫН ҰСЫНУ

Ж.Н. Уванисканова^{1*}, Г.А. Сейтимова¹, Г.Ш. Бурашева¹, М.И. Чаудхари²

¹Әль-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Химия және химиялық технологиялық факультеті, Алматы, Қазақстан

²Химия және биология ғылыми-зерттеу институты, доктор Пэнджавани дәрілік заттар мен препараттарды молекулалық зерттеу орталығы, Карачи университеті, Карачи, Пакистан

*E-mail: zhuldyz.uvaniskanova@gmail.com

Түйіндемe: Бұл мақалада Алматы қаласы (Қазақстан) маңында өсірілген қызанақ (*Solanum lycopersicum* L.) жемістері, сарымсақ (*Allium sativum* L.) тіктері және Карачи қаласы (Пәкістан) маңында өсірілген семсер тәрізді канавалия (*Canavalia ensiformis* (L.) DC.) тұқымдары мен куркума (*Curcuma longa* L.) тамырсабақтарына жүргізілген фитохимиялық зерттеу нәтижелері ұсынылған. Биологиялық белсенді заттардың зерттеуінде, барлық нысандарда фенолды қосылыстар тобы жоғары көрсеткішке (2.02-2.86%) ие болды. Сондай-ақ, *C. ensiformis* 3.34% жалпы амин қышқылдары, *C. longa* 1.15% тері илегіш заттардың үлесі анықталды. Химиялық құрамын анықтау үшін колориметриялық, хроматографиялық және спектрофотометриялық әдістер қолданылды. Биологиялық белсенді кешен (ББК) жасау мақсатында өсімдік шикізаттарының төрт түрлі қатынасы зерттеліп, нәтижесінде 50% сулы-спирт ерітіндісінде ASCC-2 өсімдік композициясының экстрактивті заттары (44.65%) жоғары мөлшерді көрсетті. ББК алуда қолдануға болатын тиімді технологиялық параметрлер қарастырылды. ASCC-2 композициясын ультрадыбысты экстракция үрдісін жүргізуде оңтайлы параметрлері ретінде 1:10 шикізат пен еріткіш қатынасы, 40°C, 60 мин анықталды. Алынған экстракт 40°C-та роторлы буландырғышта концентрленіп, кейін сублимациялы кептіргішке жіберілді. Құрғақ экстракт түссіз, суда жақсы ериді, рН көрсеткіші 5.9 тең. ББК қабынуға қарсы (IC₅₀ = 5.4±1.2 мкг/мл) жоғары белсенділік көрсетті.

Түйін сөздер. Экстрактивті заттар, ультрадыбысты экстракция, ББК, флавоноидтар, қабынуға қарсы белсенділік.

Уванисканова Жұлдыз Наймангазықы	Техника ғылымдарының магистрі
Сейтимова Гульназ Абсаттаровна	PhD, қауымдастырылған профессор
Бурашева Гаухар Шахмановна	Химия ғылымдарының докторы
Мухаммад Икбал Чаудхари	PhD, доктор, профессор

1. Кіріспе

Дүниежүзілік денсаулық сақтау ұйымының мәліметтері бойынша, әлемде 3 миллиардтан астам адам, яғни әрбір үшінші адам, неврологиялық ауруларға шалдыққан. Неврологиялық аурулардың 80%-дан астамы табысы төмен және орташа деңгейдегі елдерде тіркелген, бұл жағдай көбінесе уақтылы диагностика мен ем жүргізетін мамандардың жетіспеушілігімен, сондай-ақ емдеу әдістерінің қолжетімсіздігі мен жоғары құнымен байланысты. Осы себептен адам ағзасының қорғаныс қабілетін арттыру және неврологиялық аурулардың алдын алу үшін қолжетімді биологиялық белсенді композициялар әзірлеу өзекті мәселе ретінде қарастырылуда.

Тағамдық өсімдіктерден алынған функционалды тағамдар мен фармацевтикалық өнімдер физикалық және неврологиялық бұзылуларға негізделген ауруларды жеңілдетуге, синтетикалық препараттардың

қолданылуын азайтуға және өмір сүру сапасы мен ұзақтығын арттыруға ықпал етеді [1]. Бұл өсімдіктер құрамында кездесетін фенолды қосылыстар (фенол қышқылдары, флавоноидтар, таниндер, антоцианиндер) табиғи тотығуға қарсы заттардың қауіпсіз, тиімді және тұрақты көзі ретінде кеңінен танымал [2-3].

Зерттеу барысында келесі төрт дәрілік әрі тағамдық өсімдік шикізаты таңдалып алынды: сарымсақ (*Allium sativum* L.), қызанақ (*Solanum lycopersicum* L.), куркума (*Curcuma longa* L.) және семсер тәрізді канавалия (*Canavalia ensiformis* (L.) DC.). Бұл өсімдіктер фенолдық қосылыстардың жоғары деңгейімен, тотығуға қарсы қабілетімен және салыстырмалы түрде төмен уыттылығымен ерекшеленеді. Осылайша, денсаулықты жақсартуға бағытталған өсімдік негізіндегі биологиялық белсенді кешендерді (ББК) зерттеу, оларды өндіру үшін технологиялық сызбаларды әзірлеу, сондай-ақ болашақта клиникаға дейінгі сынақтар мен клиникалық зерттеулерді жүзеге асыру мәселелерінің маңыздылығы артып отыр.

Сарымсақ (*Allium sativum* L., тұқымдасы: *Amaryllidaceae*) – хош иісті, біржылдық шөптесін өсімдік, ертеден дәстүрлі медицинада өзінің емдік қасиеттеріне байланысты кеңінен қолданылады. *A. sativum* негізгі белсенді компоненттері – күкірт органикалық қосылыстар: диаллилтиосульфонат (аллицин), диаллилсульфид, диаллил дисульфид, диаллилтрисульфид, аджоен, S-аллилцистеин және аллиин. Сонымен қатар, сарымсақта қарапайым көкөністерге қарағанда фенолдық қосылыстардың 20-дан астам түрі кездеседі (β -резорцил қышқылы, пирогаллол, галл қышқылы, рутин, протокатехин қышқылы және кверцетин) [4]. Зерттеулерге сүйенсек, *Allium* түрлері мен олардың белсенді компоненттері сусамыр мен жүрек-қан тамырлары ауруларының даму қаупін төмендетеді, иммундық жүйені күшейте отырып, инфекциялардан қорғайды. Сонымен қатар, олар микробқа қарсы, зенге қарсы және қатерлі ісікке қарсы қасиеттерге ие, адамдарға жүргізілген клиникалық зерттеулердің эпидемиологиялық деректерімен расталған [5].

Қызанақ (*Solanum lycopersicum* L., тұқымдасы: *Solanaceae*) – шыққан жері Оңтүстік Америка, тағамдық құндылығымен ғана емес, емдік қасиеттерінің әлеуетімен де танымал өсімдік. *S. lycopersicum* каротиноидтарға, атап айтқанда, ликопин, β -каротин және лютеинге өте бай, олар қызанаққа жарқын түс пен тотығуға қарсы қасиеттер береді. Сонымен қатар, қызанақтың құрамы С және К дәрумендеріне, калийге, флавоноидтар мен полифенолдарға, сондай-ақ фолий қышқылына бай [6]. Бұл қосылыстар өсімдікке келесідей фармакологиялық қасиеттер береді: нейропротекторлық, тотығуға қарсы, кардиопротекторлық, диабетке қарсы, микробқа қарсы, қабынуға қарсы және ісікке қарсы белсенділік [7-8].

Куркума (*Curcuma longa* L., тұқымдасы: *Zingiberaceae*) – зімбір тұқымдасына жататын, көпжылдық шөптесін өсімдік, Оңтүстік-Шығыс Азия елдерінде дәмдеуіш және тамақ ретінде пайдаланылады. Өсімдіктің негізгі компоненті куркумин – тотығуға қарсы, антисептикалық және

қабынуға қарсы әсері бар [9]. Дәстүрлі медицинада куркумин Альцгеймер ауруын, жүрек ауруларын, өт шығару жолдарының ауруларын, анорексияны, жөтелді, синуситті, ревматоидты артритті емдеуде қолданылады [10]. Сонымен қатар, куркума құрамында сапониндер, таниндер, антрахинондар, алкалоидтар, көмірсулар, кумариндер, стероидтер, дитерпендер, ақуыздар және гликозидтер сияқты биологиялық белсенді заттар (ББЗ) да зерттелген. Куркуманы йод көзі ретінде қарастыруға болатындығы анықталды: құрамында 1800 мкг/100 г бар [11].

Семсер тәрізді канавалия (*Canavalia ensiformis* (L.) DC., тұқымдасы: *Fabaceae*) – бұршақ тұқымдасына жататын, шыққан жері Оңтүстік Америка, тропикалық және субтропикалық аймақтарда таралған. *C. ensiformis* тұқымдары ақуыздардың көзі ретінде жақсы зерттелген. Өсімдік шикізаты ретінде *C. ensiformis* тұқымдарынан лектин – Конкавалин А (ConA) алғаш рет бөлініп алынған. Сонымен қатар, өсімдік тұқымы құрамында төменмолекулалы көмірсулар, амин және май қышқылдары, фенолды қосылыстар, сапониндер, L-3,4-дигидроксифенилаланин (L-DOPA), фитин анықталған [12-13]. *C. ensiformis* тұқымдарынан өсімдік сүтін алу мақсатында әртүрлі технологиялар қарастырылуда, алынатын өнім басқа бұршақ тұқымдастарының сүтіне ұқсас болады деп күтілуде [14].

Биологиялық белсенділігі жоғары қасиеттерімен танымал өсімдік шикізаты зерттеу нысаны ретінде таңдалды. Осыған байланысты зерттеудің мақсаты – қабынуға қарсы әсері бар ББК алу жолын ұсыну.

2. Зерттеу әдістері.

Зерттеу нысандары ретінде Карачи қаласы (Пәкістан) маңында өсірілген *Canavalia ensiformis* тұқымы, *Curcuma longa* тамырсабағы, Алматы қаласы (Қазақстан) маңында өсірілген *Solanum lycopersicum* жемістері (кептірілген және ұсақталған түрінде) және *Allium sativum* тістерінің шырыны алынды.

ҚР Мемлекеттік Фармакопеясына I-бөлімінде (ҚР МФ) келтірілген әдістемелер бойынша өсімдік шикізаттарының шынайылығы (ылғалдылық, күлділік, экстрактивті заттар мөлшері) және ББЗ-дың сандық құрамы анықталды. ББЗ-ға сапалық талдау хроматографиялық әдістер негізінде, ал сандық талдау колориметриялық, спектрофотометриялық, хроматографиялық және титрлеу әдістерімен анықталды.

Экстрактивті заттар мөлшері. Диаметрі 1 мм дейін әбден ұсақталған, електен өткізілген 5 г өсімдік кешенін түбі дөңес колбаға салынып, белгілі еріткіштен 25 мл құйылды. Колбаны тығынмен жауып, 0,01 грамға дейінгі дәлдікпен өлшеп, 1 сағатқа қалдырылды. Содан соң колбаны кері салқындатқышқа жалғап, қайнағанша қыздырып, 2 сағат бойы баяу қайнатылды. Жоғалтқан массасын сол еріткішпен толықтырылды. Алынған қоспаны әбден шайқайды, сосын көлемі 150-200 мл колбаға құрғақ қағаз фильтр арқылы сүзілілді. Алынған фильтраттан 15 мл алып, 100-105 °C температурада кептіріліп, аналитикалық таразыда өлшенген, диаметрі 7-9 см

фарфор ыдысқа құйып, сулы жылытқышта буландырылды. 100 – 105 °C-да 3 сағат бойы кептіріп, эксикаторда салқындатып, өлшенді. Құрғақ шикізаттағы заттардың экстрактивтілігін келесі формула (1) арқылы есептелінді:

$$X = \frac{M_2 \times 200 \times 100}{M_1 \times (100 - W)} \quad 1)$$

мұндағы, M_2 – ыдыста қалған құрғақ қалдықтың массасы, г; M_1 – шикізат массасы, г;

W – шикізаттың кептіргенде жоғалтқан массасы, %.

Флавоноидтар мөлшерін анықтау. 2 г ұнтақталған шикізатты көлемі 150 мл болатын колбаға салып, үстіне 30 мл 90 % этил спирті және концентрлі 1 %-ды хлорлы сутек қышқылын қосып, кері тоңазытқышта 1 сағат бойы қыздырылды. Суытып алып, көлемі 100 мл болатын өлшегіш колбаға сүзгіш қағазды пайдалана отырып сүзілді. Экстракцияны дәл осы жағдаймен тағы да 2 рет қайталап жасап, дәл сол өлшегіш колбаға сол сүзгі қағазын пайдалана отырып сүзілді. Фильтрді 90 % этил спиртімен жуа отырып, қалған бөлігін сол еріткішпен толтырылды (А ерітіндісі). Көлемі 25 мл болатын өлшегіш колбаға 2 мл А ерітіндісін құйылып, 95 % спиртте ерітілген 1мл 1 % алюминий хлоридінің ерітіндісін қосылып, қалған бөлігін сол еріткішпен толтырылды. 20 мин соң қалыңдығы 10 мм болатын кюветада, 430 нм толқын ұзындығында ерітіндінің оптикалық тығыздығын өлшенді. Салыстырмалы ерітінді ретінде 25 мл өлшегіш колбадағы 95 %-ті спиртпен толтырылған 2 мл А ерітіндісінің қоспасын қолданады. Кверцетин бойынша есептелген абсолютті құрғақ заттағы флавоноидтың мөлшері келесі формула (2) бойынша есептеледі:

$$X = \frac{D \times 25 \times 100 \times 100}{764.6 \times 2 \times M \times (100 - W)} \quad (2)$$

мұндағы, D – 430 нм толқын ұзындығындағы ерітіндінің оптикалық тығыздығы; 764.6– кверцетин кешенінің 1 % алюминий хлоридімен 430 нм толқын ұзындығында көрсеткен оптикалық тығыздық көрсеткіші; M – шикізаттың массасы, г; W – шикізаттың ылғалдылығы, %.

Хемилюминесценция әдісі бойынша қабынуға қарсы белсенділігі. Люминолмен күшейтілген хемилюминесценциялық талдау «Helfand және авторластар (1982)» сипаттаған әдіске сәйкес жүргізілді. HBSS++ (кальций хлориді мен магний хлоридін қамтитын Хэнкс теңдестірілген тұзды ерітіндісі) ішінде сұйылтылған 25 мкл бүтін қан сынамасы 25 мкл

зерттелетін қосылыстардың үш түрлі концентрациясымен (1, 10 және 100 мкг/мл) инкубацияланды, әр концентрация үш қайталауда зерттелді. Бақылау ұңғымалары HBSS++ және жасушаларды қамтыды. Талдау 96 ұңғымалы ақ түсті планшеттерде жүргізілді, олар 37 °C температурада люминометрдің термостат камерасында 15 минут бойы инкубацияланды. Инкубациядан кейін, барлық ұңғымаларға (бос ұңғымалардан басқа) 25 мкл опсонизацияланған зимозан және 25 мкл жасушаішілік белсенді оттегі түрлерін анықтайтын зонд – люминол қосылды. Белсенді оттегі түрлерінің деңгейі люминометрде салыстырмалы жарық бірліктерімен (RLU) өлшенді. Стандарт ретінде ибупрофен қолданылды, оның $IC_{50} = 11.2 \pm 1.9$ [15].

3. Зерттеу нәтижелері және ғылыми нәтижелерді талқылау

Өсімдік шикізатының шынайылығын анықтау ҚР Мемлекеттік Фармакопоеясының талаптарына сәйкес жүргізілді. Зерттеу нәтижелері белгіленген нормадан аспайтынын көрсетті. ББЗ зерттеулерінде, барлық нысандарда фенолды қосылыстар тобы жоғары көрсеткішке 2.02-2.86% ие болды. Сонымен қатар, *C. ensiformis* тұқымдарында 3.34% жалпы амин қышқылдары, *C. longa* тамырсабағында 1.15% тері илегіш заттардың үлесі анықталды (Кесте 1). ББК-ді жасау технологиясын құру мақсатында, өсімдік шикізаттарының әртүрлі қатынастары ұсынылды (Кесте 2).

Кесте 1 – Өсімдік шикізаттарының шынайылық көрсеткіштері мен негізгі ББЗ топтарының сандық құрамы

Көрсеткіштер	Мөлшері, %			
	<i>A. sativum</i>	<i>S. lycopersicum</i>	<i>C. longa</i>	<i>C. ensiformis</i>
Ылғалдығы	4.50±0.23	5.45±0.27	5.60±0.28	6.51±0.33
Күлділігі	3.79±0.19	6.01±0.30	7.78±0.39	3.87±0.19
Сапониндер	0.47±0.02	1.31±0.07	1.82±0.09	1.65±0.08
Флавоноидтар	0.60±0.03	0.52±0.03	0.22±0.01	0.19±0.01
Тері илегіш заттар	0.16±0.01	0.09±0.005	1.15±0.06	0.87±0.04
Фенолды қосылыстар	2.02±0.10	2.44±0.12	2.86±0.14	2.04±0.10
Органикалық қышқылдар	1.09±0.05	0.89±0.04	2.34±0.12	1.21±0.06
Амин қышқылдары	1.67±0.08	1.12±0.06	1.48±0.07	3.34±0.17

*{x} ± стандартты ауытқу. n = 3.

Кесте 2 – Композиция құрамындағы өсімдік шикізаттарының қатынасы

Өсімдік шикізаттары	Өсімдік шикізаттарының қатынасы			
	ASCC-1	ASCC-2	ASCC-3	ASCC-4
<i>A. sativum</i>	1	1	2	1
<i>S. lycopersicum</i>	1	2	3	0.5
<i>C. longa</i>	1	1	1	6
<i>C. ensiformis</i>	1	2	4	2.5

түсіндірме: ASCC-1, ASCC-2, ASCC-3, ASCC-4 – өсімдік композицияларының атаулары.

Тиімді экстракция үдерісін оңтайландыру мақсатымен өсімдік шикізатындағы ББЗ-дың максималды шығымына әсер ететін композиция қатынасы іздестірілді. Экстрактивті заттарды бөлу үшін төрт түрлі экстрагент қолданылды: 30, 50, 70% сулы-спирт және су (Кесте 3). Талдау нәтижесінде, 50% сулы-спирт ертіндісінде ASCC-2 композициясы 44.65% жоғары мөлшерді көрсетті.

Кесте 3 – Биологиялық белсенді кешендердің экстрактивті заттар мөлшері

Композициялар атауы	30% этил спирті, %	50% этил спирті, %	70% этил спирті, %	Су, %
ASCC-1	21.20±1.06	38.27±1.91	30.48±1.52	25.04±1.25
ASCC-2	24.92±1.25	44.65±2.23	33.43±1.67	28.69±1.43
ASCC-3	18.63±0.93	39.11±1.96	33.87±1.69	23.74±1.19
ASCC-4	19.01±0.95	41.28±2.06	32.64±1.63	23.22±1.16

*{x} ± стандартты ауытқу. n = 3.

ASCC-2 композициясына ультрадыбысты экстракция үрдісі 50%-этанолмен 1:10 қатынаста, 40°C-та 30, 60, 90 мин жүргізілді. Алынған экстрактивтер флавоноид мөлшеріне зерттелді: 30 мин – 2.5%, 60 мин – 5.5%, 90 мин – 5.6%. 60 және 90 мин нәтижелерінде үлкен айырмашылық болмағандықтан, экстракция үрдісін 60 мин жүргізіледі деп таңдалынды.

ББК алудың оңтайлы технологиялық параметрлері: 200 г ASCC-2 композициясы еріткішпен 1:10 қатынаста 40 °C-та, 60 мин ультрадыбысты ваннада 3 рет жүргізілді. Алынған 5.5 л экстракт 40 °C-та роторлы буландырғышта концентрленді. Нәтижесінде 500 мл концентрат алынып, сублимациялы кептіргішке жіберілді. Дайындалған құрғақ экстракт түссіз, суда жақсы ериді, рН көрсеткіші 5.9 тең. Көрсетілген тәжірибе 3 рет қайталанды.

Алынған ББК-нің қабынуға қарсы белсенділігі стандарт ибупрофенмен жартылай максималды тежегіш концентрациясы ($IC_{50} = 11.2 \pm 1.9$ мкг/мл) салыстырылды. Нәтижесінде, ББК жоғары қабынуға қарсы белсенділігін көрсетіп, 79.2% тежелуіне қол жеткізді, ал IC_{50} (ингибиторлық концентрация 50) мәні 5.4 ± 1.2 мкг/мл құрады, яғни бұл зат қабыну процесіне жауапты компоненттердің белсенділігін 50%-ға төмендететін концентрацияны білдіреді. ББК-нің қабынуға қарсы белсенділік көрсетуі оның Альцгеймер, Паркинсон, склероз сияқты нейродегенеративті аурулармен қатар, ревматоидты артрит және аутоиммунды ауруларды емдеуде әлеуетті қолдану мүмкіндігін айқындайды. Бұл патологиялардың патогенезінде қабыну процесі маңызды рөл атқаратындықтан, оларды емдеуде белсенді қосылыстар ретінде амин қышқылдары, фенолды қосылыстар, флавоноидтар және алкалоидтар тобының тиімді әсер етуі күтіледі.

4. Қорытынды

Карачи қаласы (Пәкістан) маңында өсірілген *Canavalia ensiformis* L. DC. тұқымы, *Curcuma longa* L. тамырсабағы, Алматы қаласы (Қазақстан) маңында өсірілген *Solanum lycopersicum* L. жемістері (кептірілген және ұсақталған түрінде) және *Allium sativum* L. тістеріне ҚР МФ талаптарына сай шынайылық көрсеткіштері және негізгі биологиялық белсенді заттарының сандық мөлшері сарапталды. Нәтижесінде, *C. ensiformis* тұқымдарында 3.34% жалпы амин қышқылдары, *C. longa* тамырсабағында 1.15% тері илегіш заттар, 1.82% сапониндер, 2.34% органикалық қышқылдар жоғары үлесі анықталды.

Алғаш рет емдік және тағамдық шикізат көздерінен ББК құру үшін композицияның тиімді қатынастары қарастырылды. Сонымен қатар, ББК-ді алу мақсатында тиімді технологиялық параметрлер ұсынылды.

Биологиялық белсенді кешен қабынуға қарсы ($IC_{50} = 5.4 \pm 1.2$ мкг/мл) жоғары белсенділік көрсетті.

Қаржыландыру: Бұл зерттеу Қазақстан Республикасы Ғылым және Жоғары Білім министрлігінің қаржылай қолдауымен (Жұлдыз Уванисканованың докторантура шәкіртақысы) жүзеге асырылды.

Алғыс: Ж. Уванисканова өзінің зерттеулерін жүргізуге жағдай жасаған Карачи университетінің Халықаралық химия және биология ғылымдарының орталығы, Н.Е.Д. Химия ғылыми-зерттеу институты және доктор Панжвани атындағы Молекулалық медицина және дәрілік заттарды зерттеу орталығы (Карачи қ., Пәкістан) шын жүректен алғыс білдіреді.

Мүдделер қақтығысы: Авторлар бұл жұмыс бойынша мүдделер қайшылығы жоқ екенін мәлімдейді.

РАЗРАБОТКА БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНОГО КОМПЛЕКСА С ПРОТИВОВОСПАЛИТЕЛЬНЫМИ СВОЙСТВАМИ

Ж.Н. Уванисканова^{1*}, Г.А. Сейтимова¹, Г.Ш. Бурашева¹, М.И. Чаудхари²

¹Казахский национальный университет имени аль-Фараби, факультет химии и химической технологии, Алматы, Казахстан

²Научно-исследовательский институт химии и биологии, Центр доктора Пэнджвани молекулярного исследования лекарств и препаратов, Университет Карачи, Карачи, Пакистан

*E-mail: zhuldyz.uvaniskanova@gmail.com

Резюме. В статье представлены результаты фитохимических исследований плодов томата (*Solanum lycopersicum* L.) и зубчиков чеснока (*Allium sativum* L.), собранных в окрестностях г. Алматы (Казахстан), а также семян мечевидной канавалии (*Canavalia ensiformis* (L.) DC.) и корневищ куркумы (*Curcuma longa* L.) из окрестностей г. Карачи (Пакистан). В ходе исследования биологически активных веществ во всех образцах выявлено высокое содержание фенольных соединений (2.02–2.86%). Кроме того, в семенах *C. ensiformis* обнаружено 3.34% общих аминокислот, а в корневищах *C. longa* содержится 1.15% дубильных веществ. Для определения химического состава использованы колориметрические, хроматографические и спектрофотометрические методы. С целью создания биологически активного комплекса исследовали четыре различных соотношения растительных объектов, в результате чего в 50%-ном водно-спиртовом растворе растительной композиции ASCC-2 обнаружено высокое содержание экстрактивных веществ (44.65%). Рассмотрены эффективные технологические параметры получения биологически активного комплекса (БАК). Оптимальными параметрами ультразвуковой экстракции композиции ASCC-2 определены соотношения сырья и растворителя 1:10, температура 40 °С, время 60 мин. Полученный экстракт концентрировали в роторном

испарителе при 40 °C, а затем подвергали сублимационной сушке. Сухой экстракт бесцветен, хорошо растворяется в воде, его pH равен 5.9. БАК проявляет высокую противовоспалительную активность ($IC_{50} = 5.4 \pm 1.2$ мкг/мл).

Ключевые слова: экстрактивные вещества, ультразвуковая экстракция, БАК, флавоноиды, противовоспалительная активность.

<i>Уванисканова Жұлдыз Наймангазықы</i>	<i>Магистр технических наук</i>
<i>Сейтимова Гульназ Абсаттаровна</i>	<i>PhD, ассоциированный профессор</i>
<i>Бурашева Гаухар Шахмановна</i>	<i>Доктор химических наук, профессор</i>
<i>Мухаммад Икбал Чаудхари</i>	<i>PhD, доктор, профессор</i>

Әдебиеттер тізімі

1. Li Q., Tu Y., Zhu C., Luo W., Huang W., Liu W., Li Y. Cholinesterase, β -amyloid aggregation inhibitory and antioxidant capacities of Chinese medicinal plants. *Ind. Crops Prod.*, **2017**, 108, 512–519. DOI: 10.1016/j.indcrop.2017.07.001
2. Uritu C.M., Mihai C.T., Stanciu G.D., Dodi G., Alexa-Stratulat T., Luca A., Leon-Constantin M.M., Stefanescu R., Bild V., Melnic S., Tamba B.I. Medicinal plants of the family *Lamiaceae* in pain therapy: A review. *Pain Res. Manag.*, **2018**, 8, 780-1543. DOI: 10.1155/2018/7801543
3. Etkin N.L. Plants and Indigenous Medicine and Diet: Biobehavioral Approaches. eBook: Taylor & Francis, **2019**, 336. DOI: 10.4324/9781315060385
4. Nagella P., Thiruvengadam M., Ahmad A., Yoon J.Y., Chung I.M. Composition of polyphenols and antioxidant activity of garlic bulbs collected from different locations of Korea. *Asian J. Chem.*, **2014**, 26, 897-902. DOI: 10.14233/ajchem.2014.16143A
5. Rahman K. Historical perspective on garlic and cardiovascular disease. *J. Nutr.*, **2001**, № 1, 31, 977–979. DOI: 10.1093/jn/131.3.977S
6. Heiser C.B. The Tomato Story: The Remarkable History and Social Influence of the Tomato. University of Illinois Press, **1994**.
7. Li H., Deng Z., Liu R., Young C., Zhu H., Loewen S., Tsao R. Characterization of Phytochemicals and Antioxidant Activities of a Purple Tomato (*Solanum lycopersicum* L.). *J. Agric. Food Chem.*, **2011**, № 59(21), 11803-11820. DOI: 11.10.1021/jf202364v
8. Lobo V., Patil A., Phatak A., Chandra N. Free radicals, antioxidants and functional foods: Impact on human health. *Pharm. Rev.*, **2010**, № 4(8), 118-126. DOI: 10.4103/0973-7847.70902
9. Sahbaie P., Sun Y., Liang D.Y., Shi X.Y., Clark J.D. Curcumin treatment attenuates pain and enhances functional recovery after incision. *Anesth. Analg.*, **2014**, № 118(6), 1336-1344. DOI: 10.1213/ane.0000000000000189
10. Ahmed T., Enam S.A., Gilani A.H. Curcuminoids enhance memory in an amyloid-infused rat model of Alzheimer's disease. *Neuroscience*, **2010**, 169(3), 1296-1306. DOI: 10.1016/j.neuroscience.2010.05.078
11. Запороженко А.А., Суботялов М.А. Биологическая активность и терапевтический потенциал *Curcuma longa*. *Сиб. научн. мед. ж.*, **2023**, № 43(3), 15-27. DOI: 10.18699/SSMJ20230302
12. Raquel Elisa da Silva López Canavalia *ensiformis* (L.) DC (*Fabaceae*). *Pharmacology*, **2012**, № 7, 146-154. DOI: 10.32712/2446-4775.2012.149
13. K.R. Sridhar, S. Seena Nutritional and antinutritional significance of four unconventional legumes of the genus *Canavalia* – A comparative study. *Food Chem.*, **2006**, № 99, 267-288. DOI: 10.1016/j.foodchem.2005.07.049
14. Anita M. S., Ayumi IT, Emiko Y., Irmanida B., Dedi F., Hanifah N.L. Influence of jack bean (*Canavalia ensiformis* (L) DC) milk processing on bioactive compounds and its antioxidant activity. *Food Sci. Technol. Campinas*, **2022**, 42. DOI: 10.1590/fst.11521
15. Helfand S., Werkmeister J., Roader J. Chemiluminescence response of human natural killer cells. I. The relationship between target cell binding, chemiluminescence, and cytolysis. *J. Exp. Med.*, **1982**, № 156, 492-505. DOI: 10.1084/jem.156.2.492.

References

1. Li Q., Tu Y., Zhu C., Luo W., Huang W., Liu W., Li Y. Cholinesterase, β -amyloid aggregation inhibitory and antioxidant capacities of Chinese medicinal plants. *Ind. Crops Prod.*, **2017**, *108*, 512–519. DOI: 10.1016/j.indcrop.2017.07.001
2. Uritu C.M., Mihai C.T., Stanciu G.D., Dodi G., Alexa-Stratulat T., Luca A., Leon-Constantin M.M., Stefanescu R., Bild V., Melnic S., Tamba B.I. Medicinal plants of the family *Lamiaceae* in pain therapy: A review. *Pain Res. Manag.*, **2018**, *8*, 780-1543. DOI: 10.1155/2018/7801543
3. Etkin N.L. Plants and Indigenous Medicine and Diet: Biobehavioral Approaches. eBook: Taylor & Francis, **2019**, 336. DOI: 10.4324/9781315060385
4. Nagella P., Thiruvengadam M., Ahmad A., Yoon J.Y., Chung I.M. Composition of polyphenols and antioxidant activity of garlic bulbs collected from different locations of Korea. *Asian J. Chem.*, **2014**, *26*, 897-902. DOI: 10.14233/ajchem.2014.16143A
5. Rahman K. Historical perspective on garlic and cardiovascular disease. *J. Nutr.*, **2001**, № 1, 31, 977–979. DOI: 10.1093/jn/131.3.977S
6. Heiser C.B. The Tomato Story: The Remarkable History and Social Influence of the Tomato. University of Illinois Press, **1994**.
7. Li H., Deng Z., Liu R., Young C., Zhu H., Loewen S., Tsao R. Characterization of Phytochemicals and Antioxidant Activities of a Purple Tomato (*Solanum lycopersicum* L.). *J. Agric. Food Chem.*, **2011**, № 59(21), 11803-11820. DOI: 11.10.1021/jf202364v
8. Lobo V., Patil A., Phatak A., Chandra N. Free radicals, antioxidants and functional foods: Impact on human health. *Pharm. Rev.*, **2010**, № 4(8), 118-126. DOI: 10.4103/0973-7847.70902
9. Sahbaie P., Sun Y., Liang D.Y., Shi X.Y., Clark J.D. Curcumin treatment attenuates pain and enhances functional recovery after incision. *Anesth. Analg.*, **2014**, № 118(6), 1336-1344. DOI: 10.1213/ane.0000000000000189
10. Ahmed T., Enam S.A., Gilani A.H. Curcuminoids enhance memory in an amyloid-infused rat model of Alzheimer's disease. *Neuroscience*, **2010**, *169*(3), 1296-1306. DOI: 10.1016/j.neuroscience.2010.05.078
11. Zaporozhchenko A.A., Subotyalov M.A. Biological activity and therapeutic potential of *Curcuma longa*, *Sib. Nauchn. Med. J.*, **2023**, № 43(3), 15-27. DOI: 10.18699/SSMJ20230302
12. Raquel Elisa da Silva López *Canavalia ensiformis* (L.) DC (*Fabaceae*). *Pharmacology*, **2012**, № 7, 146-154. DOI: 10.32712/2446-4775.2012.149
13. K.R. Sridhar, S. Seena Nutritional and antinutritional significance of four unconventional legumes of the genus *Canavalia* – A comparative study. *Food Chem.*, **2006**, № 99, 267-288. DOI: 10.1016/j.foodchem.2005.07.049
14. Anita M. S., Ayumi IT, Emiko Y., Irmanida B., Dedi F., Hanifah N.L. Influence of jack bean (*Canavalia ensiformis* (L) DC) milk processing on bioactive compounds and its antioxidant activity. *Food Sci. Technol. Campinas.*, **2022**, *42*. DOI: 10.1590/fst.11521
15. Helfand S., Werkmeister J., Roader J. Chemiluminescence response of human natural killer cells. I. The relationship between target cell binding, chemiluminescence, and cytolysis. *J. Exp. Med.*, **1982**, № 156, 492-505. DOI: 10.1084/jem.156.2.492.

INFLUENCE OF SODIUM HUMATE CONCENTRATIONS ON THE COMPOSITION AND PROPERTIES OF LIQUID ORGANOMINERAL FERTILIZERS

U.Zh. Dzhusipbekov, G.O. Nurgalieva*, Z.K. Bayakhmetova, D. Duisenbai, U.B. Aksakalova

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

*E-mail: N_gulzipa@mail.ru

Abstract. *Introduction.* The use of liquid organomineral fertilizers (LOMF) based on chelates of microelements and humates leads not only to an increase in yield and product quality, but also to a decrease in economic costs. LOMF s have a complex effect on plants, activate various physiological processes, increase the plant defense mechanism to various stresses and phytopathogens, improve the structure and properties of the soil. *The aim of the work* is to study the patterns of the influence of sodium humate concentrations on the process of obtaining humate-, nitrogen- and molybdenum-containing LOMFs. *Methods.* The methods of chemical analysis, an atomic emission spectrometer with inductively coupled plasma, infrared spectroscopy and thermogravimetric analysis were used. *Results and discussion.* Based on chemical and physicochemical analyses, the effect of sodium humate concentrations on the composition and properties of the synthesized products was determined. The results demonstrated that increasing sodium humate concentrations from 0.1% to 1.0% led to a rise in the yield of humic acids (HA^{daf}) from 33.73% to 38.60%, nitrogen content from 4.21% to 5.27%, and molybdenum content from 0.22% to 0.30%, the amount of COOH - from 1.28 to 1.80 mg-eq/g and OH_{phen} groups –from 0.34 to 0.70 mg-eq/g. IR spectral analysis revealed that the interaction of sodium humate with ammonium heptamolybdate results in the formation of a complex compounds. The IR spectra of the LOMF samples exhibited distinct and well-defined absorption peaks at specific wavelengths, indicating an enrichment with carboxyl, phenolic, and carbonyl functional groups. *Conclusion.* Physicochemical investigations of the synthesized LOMFs confirmed that the interaction of sodium humate with ammonium heptamolybdate leads to the formation of organomineral chelate complexes incorporating molybdenum ions. The formation of these complex compounds, alongside increased concentrations of HA^{daf}, nitrogen, molybdenum, COOH, and OH_{phen} groups, enhances the biological activity and agrochemical efficacy of the fertilizers.

Keywords: liquid organomineral fertilizers, sodium humate, ammonium heptamolybdate tetrahydrate, nitrogen, molybdenum, complex compounds, biological activity

Dzhussipbekov Umirzak Zhumasilovich	Doctor of Technical Sciences, Professor, e-mail: jussipbekov@mail.ru
Nurgalieva Gulzipa Oryntaevna	Doctor of Chemical Sciences, e-mail: N_gulzipa@mail.ru
Bayakhmetova Zamira Kenesbekovna	Candidate of Chemical Sciences, e-mail: zamirabkz@mail.ru
Duisenbai Dulat	Junior researcher, e-mail: dulat_211@mail.ru
Aksakalova Ulzhan Baqzhanovna	Engineer, e-mail: ulzhan.9494@mail.ru

Citation: Dzhusipbekov U.Zh., Nurgalieva G.O., Bayakhmetova Z.K., Duisenbai D., Aksakalova U.B. Influence of sodium humate concentrations on the composition and properties of liquid organomineral fertilizers. *Chem. J. Kaz.*, 2025, 2(90), 15-24. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.18>

ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ГУМАТА НАТРИЯ НА СОСТАВ И СВОЙСТВА ЖИДКИХ ОРГАНОМИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ

У.Ж. Джусипбеков, Г.О. Нурғалиева*, З.К. Баяхметова, Дүйсенбай Д., Аксакалова У.Б.

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

*E-mail: N_gulzipa@mail.ru

Резюме. Применение жидких органоминеральных удобрений (ЖОМУ) на основе хелатов микроэлементов и гуматов приводит не только к повышению урожайности и качества продукции, но и к снижению экономических затрат. ЖОМУ оказывают комплексное воздействие на растения, активизируют различные физиологические процессы, повышают защитный механизм растений к различным стрессам и фитопатогенам, улучшают структуру и свойства почвы. *Цель работы* - изучение закономерностей влияния концентрации гумата натрия на процесс получения гумат-, азот- и молибденсодержащих ЖОМУ. *Методы.* Применяли методы химического анализа, атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой, инфракрасную спектроскопию и термogravиметрический анализ. *Результаты и обсуждение.* На основании результатов химического и физико-химического анализов установлено влияние концентраций гумата натрия на состав и свойства синтезируемых продуктов. Полученные результаты показали, что повышение концентраций гумата от 0.1 до 1.0% способствует увеличению выхода гуминовых кислот (HA^{daf}) от 33.73 до 38.60%, содержания N – от 4.21 до 5.27% и Mo – от 0.22 до 0.30%, количество COOH – от 1.28 до 1.80 мг-экв/г и $\text{OH}_{\text{фен.}}$ -групп – от 0.34 до 0.70 мг-экв/г. Анализ данных ИКС показал, что взаимодействие гумата натрия с гептамолибдатом аммония приводит к образованию комплексного соединения. ИК-спектры исследуемых образцов ЖОМУ характеризуются присутствием относительно четких и дискретных пиков при определенных длинах волн и обогащены карбоксильными, фенольными и карбонильными группами. *Заключение.* Физико-химические исследования синтезированных ЖОМУ показали, что в результате взаимодействия гумата натрия с гептамолибдатом аммония образуются органоминеральные хелатные комплексы гуминовых соединений с ионами молибдена. Образование комплексных соединений, а также увеличение HA^{daf} , N, Mo, COOH - и $\text{OH}_{\text{фен.}}$ -групп приводит к повышению их биологической активности и агрохимической ценности.

Ключевые слова: жидкие органоминеральные удобрения, гумат натрия, тетрагидрат гептамолибдата аммония, азот, молибден, комплексные соединения, биологическая активность

<i>Джусипбеков Умирзак Жумасиливич</i>	<i>Доктор технических наук, профессор</i>
<i>Нурғалиева Гулзипа Орынтаевна</i>	<i>Доктор химических наук</i>
<i>Баяхметова Замира Кенесбековна</i>	<i>Кандидат химических наук</i>
<i>Дүйсенбай Дулат</i>	<i>Младший научный сотрудник</i>
<i>Аксакалова Улжан Багжановна</i>	<i>Инженер</i>

1. Введение

Одним из наиболее эффективным способом увеличения продуктивности сельскохозяйственного производства и улучшение качества получаемой продукции, повышение плодородия почвы является применение жидких органоминеральных удобрений (ЖОМУ), содержащих биологически активных гуминовых веществ (ГВ), макро- и микроэлементов. Авторами [1] предложен способ получения ЖОМУ путем добавления к гуматному препарату экстракта из лузги гречихи и мелассы, растворов борной кислоты или молибденовокислого аммония и бактериальную культуру. Способ [2] основан на смешивании растворов минеральных веществ ($(\text{NH}_2)_2\text{CO}$, H_3BO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$, H_3PO_4 , KNO_3 и их

смеси) и гуминового экстракта. В работе [3] удобрение получают путем введение в матрицу НРК мезо- и микроэлементов магния, серы, железа, цинка, меди, бора, марганца, трилона Б и гумата калия, полученного из бурого угля или леонардита. запатентован способ получения жидкого удобрения [4], заключающийся в извлечении из бурого угля гумата калия и его модифицирования, в добавлении к раствору модифицированного гумата мочевины, сульфатов аммония, магния, железа, марганца, меди, цинка, хлорида кальция, молибдата аммония, ЭДТА и ПАВ. В работе [5] для получения жидкого удобрения использовали сульфаты меди и цинка, трилон Б, водный раствор аммиака и гумата натрия или гуминовую кислоту. Авторами [6, 7] исследованы процессы получения жидких удобрений из гумата калия, выделенного окисленного H_2O_2 и HNO_3 бурого угля в щелочной среде, аммиачной селитры, мочевины, сульфата аммония и очищенной аммонизированной экстракционной фосфорной кислоты. В способе [8] ЖОМУ получают путем смешивание раствора гумусосодержащего вещества с пшеничными отрубями, лимонной кислотой и ацетатом магния. В качестве гумусосодержащего вещества используют жидкое биоудобрение, полученное путем ферментации торфопометной смеси и добавлением гидроксида калия. В целом, анализ научно-технической литературы показывает, что существующие способы получения ЖОМУ осуществляются в «жестких» условиях, а сложность структуры ГВ приводит к получению противоречивых результатов.

В связи с вышеизложенным, целью данной работы является изучение закономерностей влияния концентрации гумата натрия на процесс получения гумат-, азот- и молибденсодержащих ЖОМУ.

2. Экспериментальная часть

Для выполнения экспериментов использовали гумат натрия, полученный из бурого угля Ой-Карагайского месторождения (Алматинской обл.) щелочной экстракцией гидроксидом натрия, который имеет следующий состав (мас.%): выход свободных гуминовых кислот (HA^{daf}) – 46.15; зольность аналитической пробы (A^{a}) – 32.11; аналитическая влага (W^{a}) – 8.12 и тетрагидрат гептамолибдата аммония с содержанием в мас.%: Мо – 54.30 и N – 6.70, марки «ч.д.а.».

Опыты проводили при соотношении Т:Ж=0.5:100, температуре 40 °С в течение 60 мин, концентрацию гумата натрия варьировали от 0.1 до 1.0%. В синтезированных образцах ЖОМУ химическим анализом определяли выход HA^{daf} [9], содержания N [10], количество COOH - и $\text{OH}_{\text{фен.}}$ -групп [11, 12]. Содержание Мо определяли с использованием атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно-связанной плазмой «ICAP PRO XP Duo» («Thermo Fisher Scientific», США). ИК-спектры синтезированных ЖОМУ снимали на ИК-Фурье-спектрометре «Thermo Electron» (фирма Nicolet 5700, США) в таблетках с KBr в области спектра 4000-400 cm^{-1} . Интерпретация спектров осуществляли согласно [13, 14]. Термогравиметрические

измерения проводили на анализаторе SKZ1053 («SKZ Industrial Co., Limited», Китай) в воздушной среде в диапазоне температур от комнатной до 1350°C, скорость нагрева 1-80°C/мин [15, 16].

3. Результаты и их обсуждение

Полученные результаты показали, что при взаимодействии гумата натрия с гептамолибдатом аммония рост концентрации гумата от 0.1 до 1.0% способствует повышению выхода HA^{daf} , содержания N и Mo (рисунок 1). Например, при температуре 40°C и соотношении Т:Ж=0.5:100 через 60 мин HA^{daf} увеличивается от 33.73 до 38.60%, содержания N – от 4.21 до 5.27% и Mo – от 0.22 до 0.30%. Установлено, что рост концентрации более 0.5% не приводит к существенному изменению характеристик получаемых продуктов.

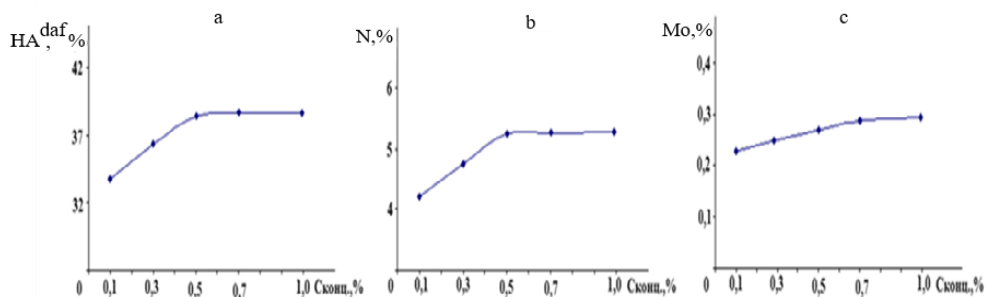


Рисунок 1 – Зависимость выхода гуминовых кислот (а), содержания азота (б) и молибдена (с) от концентрации гумата натрия

COOH и $\text{OH}_{\text{фен.}}$ -группы ГВ являются ключевыми функциональными группами, от содержания которых зависит биологическая активность ЖОМУ [17, 18]. Выявлено, что повышение концентрации гумата приводит к увеличению количества COOH- и $\text{OH}_{\text{фен.}}$ -групп соответственно до 1.80 и 0.70 мг-экв/г (рисунок 2).

ГВ наиболее эффективны в условиях водного и солевого стресса, а также хелатирует микроэлементы почвы и совместно транспортирует их в растения [17]. Растения в основном поглощают N в форме неорганического аммония и нитрата, а также N в форме аминокислот. Способность ГВ стабилизировать аммоний улучшает доступность азота в растениях и почве [19]. Установлено, что Mo в условиях засухи способствует активизации процессов поступления азота в растения и его эффективному перераспределению между органами, а также повышает зимостойкость и засухоустойчивость растений [20]. Из вышеизложенного следует, что рост содержания указанных параметров способствует повышению эффективности полученных ЖОМУ и усилению их биологической активности.

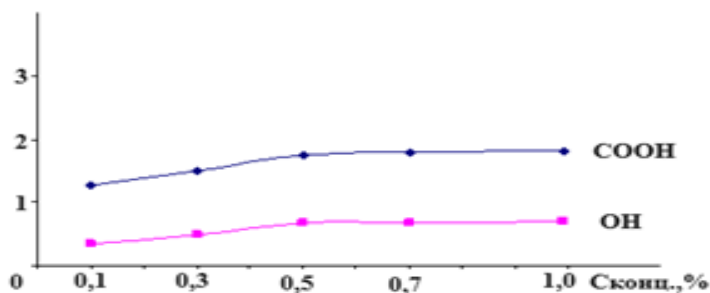
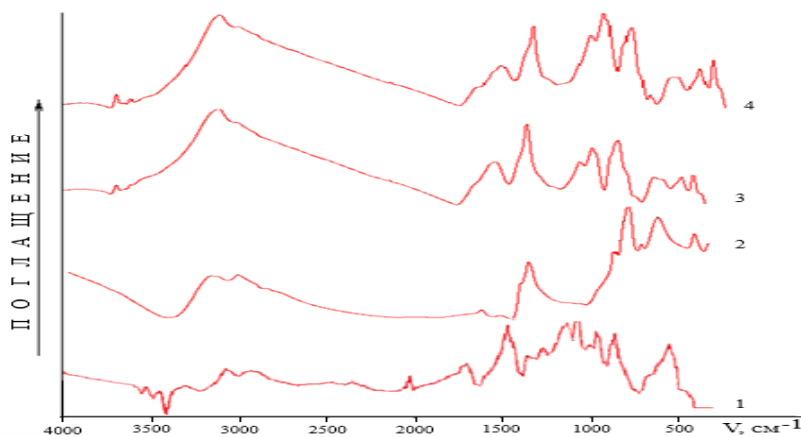


Рисунок 2 – Влияние концентрации гумата натрия на количество функциональных групп

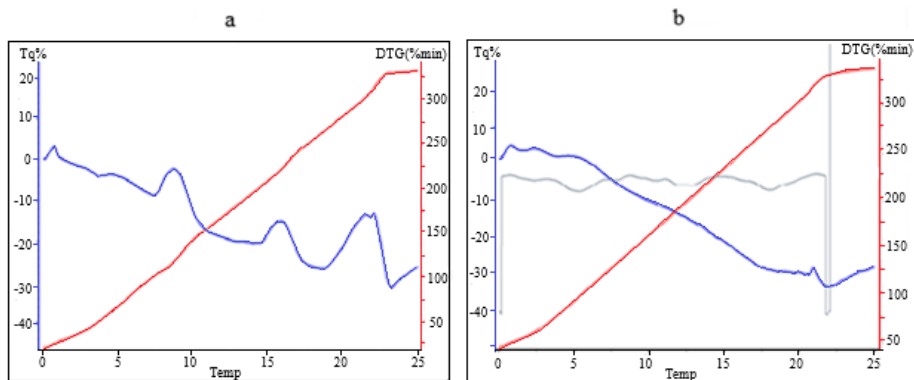
При идентификации ИК-спектров образцов ЖОМУ (рисунок 3) использовали значения максимумов характеристических полос поглощения важнейших атомных группировок и функциональных групп [13, 14]. На ИК-спектрах образцов ЖОМУ обнаружены полосы поглощения ν колебаний ОН-групп в области 3685-3680 и 3190-3185 см^{-1} , ν_{as} колебаний COO^- -групп – при 1620-1615 см^{-1} , ν_s колебаний COO^- - и δ колебаний NH_4^+ -групп – при 1405-1403 см^{-1} , ν колебаний $-\text{C}-\text{H}-$, $-\text{C}=\text{O}-$ и $-\text{C}-\text{O}-$ связей спиртов, циклических и алифатических эфиров и δ колебаний ОН-групп – при 1320-1310 и 1220-1210 см^{-1} . Полосы в области 890-485 см^{-1} подтверждают образование связи $\text{Me}-\text{O}$ в хелатных комплексах гуматов с молибденом. ИК-спектры исследуемых образцов имеют характерный облик и предоставляют определенные сведения о природе структурных фрагментов и природе связей, интенсивность поглощения которых увеличивается с ростом концентрации гумата натрия, а также наблюдается взаимное влияния отдельных полос поглощения, вплоть до их слияния, уширения и т.д. Анализ ИК-спектров также показывает, что образцы ЖОМУ значительной степени обогащены карбоксильными, фенольными и карбонильными группами (альдегиды, кетоны, карбоновые кислоты, эфиры).

Термоокислительные свойства ЖОМУ исследовано методом термогравиметрии (рисунок 3). Кривые ТГ/ДТГ исследуемых образцов характеризовались эндотермическим пиком в интервале температур 120-127 $^{\circ}\text{C}$, обусловленный дегидратационными процессами, т.е. обезвоживанием образцов, а также начальной деструкцией гумата [15, 16], при этом вода может присутствовать в свободной форме или химически связанной с пористыми ГВ, пик при 160-175 $^{\circ}\text{C}$ связан с потерей массы вследствие удаления кристаллизационной воды. Существенный температурный диапазон трансформации органического вещества относится к диапазону 250-270 $^{\circ}\text{C}$ и связан с деградацией менее термически стабильных структур, обычно характеризующихся менее конденсированной структурой. Потеря массы в этом температурном диапазоне объясняется такими изменениями, как деградация алифатических структур и декарбоксилирование COOH -групп.



1 – глутат натрия, 2 – тетрагидрат гептамолибдата аммония, продукты, полученные при концентрации глутата натрия, %: 3 – 0.1, 4 – 1.0

Рисунок 3 – ИК-спектры исходных компонентов и синтезированных образцов ЖОМУ



продукты, полученные при разных концентрациях глутата натрия, %: а – 0.5; б – 1.0

Рисунок 3 – Термограммы синтезированных образцов ЖОМУ

4. Заключение

В ходе проведенных исследований установлена возможность получения жидких органоминеральных удобрений путем взаимодействия гептамолибдата аммония с глутатом натрия в «мягких» условиях. С применением методов химического и физико-химического анализа исследованы состав и свойства синтезированных продуктов, выявлены концентрационные границы проведения процесса. Полученные экспериментальные данные показали зависимость состава и свойства ЖОМУ от концентрации глутата натрия. Показано, что рост концентрации глутата натрия от 0.1 до 1.0% приводит к увеличению выхода HA^{daf} до 38.60%, содержания N – до 5.27% и Mo – до 0.30%, количества COOH-групп

– до 1.80 мг-экв/г и $\text{OH}_{\text{фен.}}$ -групп – до 0.70 мг-экв/г. На основании физико-химических исследований установлено, что при взаимодействии гумата натрия с гептамолибдатом аммония образуются термически устойчивые хелатные комплексные соединения. При этом повышение содержания NA^{daf} , N, Mo, COOH - и $\text{OH}_{\text{фен.}}$ -групп усиливают удобрительные, стимулирующие, антистрессовые и др. свойства получаемых продуктов, а также приводит к увеличению биодоступности макро- и микроэлементов из ЖОМУ. Это позволяет использовать ЖОМУ в растениеводстве и для рекультивации нарушенных почв.

Финансирование: Работа выполнена по программе целевого финансирования научных исследований на 2023–2025 гг., осуществляемого Комитетом науки МНВО РК, по программе BR21882220.

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

СҰЙЫҚ ОРГАНОМИНЕРАЛДЫ ТЫҢАЙТҚЫШТАРДЫҢ ҚҰРАМЫ ЖӘНЕ ҚАСИЕТТЕРІНЕ НАТРИЙ ГУМАТЫ КОНЦЕНТРАЦИЯСЫНЫҢ ӘСЕРІ

Ө.Ж. Жүсіпбеков, Г.О. Нұрғалиева, З.К. Баяхметова, Д. Дүйсенбай, Ұ.Б. Ақсақалова*

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

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

Түйіндемe. Микроэлементтер мен гуматтардың хелаттары негізінде сұйық органоминералды тыңайтқыштарды (СОМТ) қолдану тек өнімнің сапасы мен өнімділігінің артуына ғана емес, сондай-ақ экономикалық шығындардың төмендеуіне әкеледі. СОМТ өсімдіктерге кешенді әсер етеді, әртүрлі физиологиялық үдерістерді белсендіреді, өсімдіктің әртүрлі күйзелістер мен фитопатогендерден қорғаныс механизмін арттырады, топырақтың құрылымы мен қасиеттерін жақсартады. *Жұмыстың мақсаты* – құрамында гумат-, азот- және молибден бар СОМТ алу үдерісіне натрий гуматы концентрациясының әсер ету заңдылықтарын зерттеу болып табылады. *Әдістер.* Химиялық талдау, индуктивті байланысқан плазмалық атомдық эмиссиялық спектрометр, инфрақызыл спектроскопия және термогравиметриялық талдау әдістері қолданылды. *Нәтижелер мен талқылау.* Химиялық және физика-химиялық талдаулардың нәтижелері бойынша натрий гуматының концентрациясының синтезделген өнімдердің құрамы мен қасиеттеріне әсері анықталды. Алынған нәтижелер гумат концентрациясын 0.1-ден 1.0%-ға дейін арттырғанда гумин қышқылдарының (NA^{daf}) шығымының 33.73-тен 38.60%-ға дейін, N мөлшерін 4.21-ден 5.27%-ға дейін және Mo – 0.22-ден 0.30%-ға дейін, COOH 1.28-ден 1.80 мг-экв/г дейін және $\text{OH}_{\text{фен.}}$ -топтарының – 0.34-тен 0.70 мг-экв/г дейін арттыратындығы анықталды. ИҚС мәліметтерін талдау натрий гуматының аммоний гептамолибдатымен әрекеттесуі кешенді қосылыстардың түзілуіне әкелетінін көрсетті. Зерттелген СОМТ-дың үлгілерінің ИҚ-спектрлері белгілі бір толқын ұзындықтарында салыстырмалы түрде айқын және дискретті шыңдардың болуымен сипатталады және карбоксил, фенол және карбонил топтарымен байытылған. *Қорытынды.* Синтезделген ЖОМУ-дың физика-химиялық зерттеулері натрий гуматының аммоний гептамолибдатымен әрекеттесуі нәтижесінде молибден иондарымен гуминді қосылыстардың органоминералдық хелаттық кешендері түзілетінін көрсетті. Кешенді қосылыстардың түзілуі, сонымен қатар NA^{daf} , N, Mo, COOH - және $\text{OH}_{\text{фен.}}$ -топтарының көбеюі олардың биологиялық белсенділігі мен агрохимиялық құндылығының жоғарылауына әкеледі.

Түйінді сөздер: сұйық органоминералды тыңайтқыштар, натрий гуматы, аммоний гептамолибдатының тетрагидраты, азот, молибден, кешенді қосылыстар, биологиялық белсенділік

Жүсіпбеков Өмірзақ Жұмәсілұлы	<i>Техника ғылымдарының докторы, профессор</i>
Нұрғалиева Гулзипа Орынтайқызы	<i>Химия ғылымдарының докторы</i>
Баяхметова Замира Кеңесбекқызы	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
Дүйсенбай Дулат	<i>Кіші ғылыми қызметкер</i>
Ақсақалова Ұлжан Бағжанқызы	<i>Инженер</i>

Список литературы

1. Патент RU 2820870. Состав и способ получения жидкого органоминерального удобрения. Сафин Р.И., Вафин И.Х., Медведев Н.А., **2024**. <https://patents.google.com/patent/RU2820870C1/ru>
2. Патент RU 2792354. Способ получения органоминерального комплексного удобрения. Бричков А.С., **2023**. <https://patents.google.com/patent/ru2792354c1/ru>
3. Патент Румыния 129938. Комплексное удобрение с гуминовыми веществами и способ применения. Сырбу К.Е., Чоряну Т.М., Думитр М., **2014**. <https://patents.google.com/patent/ro129938a0/ro>
4. Патент Китай 109438091. Способ получения многоэлементного хелатного удобрения на основе гуминовых кислот. Чжэнхань Ч., Хао Ч., **2019**. <https://patents.google.com/patent/CN109438091A/zh>
5. Сосновская Н.Е., Кушнерова С.А., Коврик И.И. Жидкие микроэлементный удобрения, содержащие гуминовые вещества торфа, медь и цинк. *Сборник научных трудов международной экологической конференции, посвященной году науки технологий*. Краснодар, **2021**, 53-56. https://www.elibrary.ru/download/elibrary_45938321_93851449.pdf
6. Ганиев П.Х., Уралова М.З. Получение сложных NPK и NPKS гуматов на основе окисленного бурого угля, карбамида, нитрата аммония, сульфата аммония и очищенной экстракционной фосфорной кислоты. *Multidiscip. Sci. J.*, **2024**, Vol.5 (5). 125-135. https://t.me/ares_uz
7. Ганиев П.Х., Тажиева Г.Р., Намазов Ш.С., Беглов Б.М., Усанбаев Н.Х. Получение жидких удобрений и стимуляторов роста растений на основе бурого угля ангреноского месторождения, карбамида, нитрата и сульфата аммония. *Сборник трудов конференции «International scientific review of the problems and prospects of modern science and education»*. Boston, **2019**, 13-16. <https://scientific-conference.com>
8. Патент RU 2767995 Способ получения жидкого удобрения. Рабинович Г.Ю., Тихомирова Д.В., **2022**. https://yandex.ru/patents/doc/RU2767995C1_20220322
9. ГОСТ 9517-1994. *Топливо твердое. Методы определения выхода гуминовых кислот*. Минск, Изд-во стандартов, **1996**, 8 с. <https://ohranatrud.ru/upload/iblock/ad0/4294820847.pdf>
10. Кельман Ф.Н., Бруцкус Е.Б., Ошерович Р.Х. *Методы анализа при контроле производства серной кислоты и фосфорных удобрений*. Москва, Наука, **1963**, 360 с. https://www.studmed.ru/kelman-f-n-bruckus-e-b-osherovich-r-h-metody-analiza-pri-kontrol-e-proizvodstva-sernoy-kisloty-i-fosfornyh-udobreniy_6d1ed0c3e7_1.html
11. Орлов Д.С., Гришина Л.А. *Практикум по химии гумуса*. Москва, МГУ, **1981**, 271 с. https://www.studmed.ru/orlov-d-s-grishina-l-a-praktikum-po-himii-gumusa_8caa68f7d7c.html
12. Сигтия С., Ханна Дж. Г. *Количественный органический анализ по функциональным группам*. Москва, Химия, **1983**, 673 с. <https://thelibrary.net/31870-kolichestvennyj-organicheskij-analiz-po-funkcionalnym-grupпам.html>
13. Сильверстейн Р., Вебстер Ф., Кимл Д. *Спектрометрическая идентификация органических соединений*. Москва, Бином, **2014**, 557 с. file:///C:/Users/Cabinet139/Downloads/TheLib.net_book_b913550c8632d27f57a7baf8c25c3c48.pdf
14. Накамото К. *ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений*: Пер. с англ. Москва, Мир, **1991**, 536 с. <http://www.ncm.unn.ru/files/2021/01/Nakamoto-IR-spektry-i-spektry-KR-nerganicheskikh-i-koordinatsionnyh-soedineniy.pdf>
15. Sirbu C., Cioroianu T., Rotaru P. About the humic acids and thermal behaviour of some humic acids. *Physics AUC*, **2010**, No.20, 120-126. https://cis01.central.ucv.ro/pauc/vol/2010_20_part1/2010_part1_120_126.pdf
16. Rotaru A., Nicolaescu I., Rotaru P., Neaga C. Thermal characterization of humic acids and other components of raw coal. *J. Therm Anal Calorim.*, **2008**, No. 92(1), 297-300. DOI: 10.1007/s10973-007-8816-y.

17. De Melo B.A.G., Motta F.L., Santana M.H.A. Humic acids: Structural properties and multiple functionalities for novel technological developments. *Mater. Sci. Eng.*, **2016**, No. 62, 967-974. DOI: 10.1016/j.msec.2015.12.001
18. Nardi S., Schiavon M., Francioso O. Chemical structure and biological activity of humic substances define their role as plant growth promoters. *Molecules*, **2021**, No. 26(8), 2256-2276. DOI: 10.3390/molecules26082256
19. Laskosky J.D., Mante A.A., Zvomuya F., Amarakoon I., Leskiw L. A bioassay of long-term stockpiled salvaged soil amended with biochar, peat, and humalite. *Agrosyst. Geosci. Environ.* **2020**, No. 3. 1-11. DOI: 10.1002/agg2.20068
20. Серегина И.И., Ниловская Н.Т. Регулирование урожайности яровой пшеницы (*Triticum aestivum* L.) при выращивании в условиях дефицита влаги в почве путем применения молибдена в зависимости от уровня азотного питания. *Агрохимия*, **2021**, №4, 70-78. DOI: 10.31857/S0002188121040141

References

1. Patent RU 2820870. Sostav i sposob poluchenija zhidkogo organomineral'nogo udobrenija. Safin R.I., Vafin I.H., Medvedev N.A., **2024**. (In Russ.). <https://patents.google.com/patent/RU2820870C1/ru>
2. Patent RU 2792354. Sposob poluchenija organomineral'nogo kompleksnogo udobrenija. Brichkov A.S., **2023**. (In Russ.) <https://patents.google.com/patent/RU2792354C1/ru>
3. Patent Rumynija 129938. Kompleksnoe udobrenie s guminovymi veshhestvami i sposob primeneniya. Syrbu K.E., Chorojanu T.M., Dumitr M. **2014**. (In Russ.). <https://patents.google.com/patent/RO129938A0/ro>
4. Patent Kitaj 109438091. Sposob poluchenija mnogoelementnogo helatnogo udobrenija na osnove guminovyh kislot. Chzhjenhan' Ch., Haoe Ch., **2019**. (In Russ.). <https://patents.google.com/patent/CN109438091A/zh>
5. Sosnovskaja N.E., Kushnerova S.A., Kovrik I.I. Zhidkie mikroelementnyj udobrenija, sodержashhie guminovye veshhestva torfa, med' i cink. *Sbornik nauchnyh trudov mezhdunarodnoj nauchnoj jekologicheskoy konferencii, posvjashhennoj godu nauki tehnologii*. Krasnodar, **2021**, 53-56. (In Russ.). https://www.elibrary.ru/download/elibrary_45938321_93851449.pdf
6. Ganiev P.H., Uralova M.Z. Poluchenie slozhnyh NPK i NPKS gumatov na osnove okislennoy burogo uglja, karbamida, nitrata ammonija, sul'fata ammonija i ochishhennoj jekstrakcionnoj fosfornoj kisloty. *Multidiscip. Sci. J.*, **2024**, Vol.5 (5). 125-135. (In Russ.). https://t.me/ares_uz
7. Ganiev P.H., Tazhieva G.R., Namazov Sh.S., Beglov B.M., Usanbaev N.H. Poluchenie zhidkih udobrenij i stimuljatorov rosta rastenij na osnove burogo uglja angrenskogo mestorozhdenija, karbamida, nitrata i sul'fata ammonija. *Sbornik trudov konferencii «International scientific review of the problems and prospects of modern science and education»*. Boston, **2019**, 13-16. (In Russ.). <https://scientific-conference.com>
8. Patent RU 2767995 Sposob poluchenija zhidkogo udobrenija. Rabinovich G.Ju., Tihomirova D.V., **2022**. (In Russ.). https://yandex.ru/patents/doc/RU2767995C1_20220322
9. GOST 9517-1994. *Toplivo tverdoe. Metody opredelenija vyhoda guminovyh kislot*. Minsk, Izd-vo standartov, **1996**, 8 s. (In Russ.). <https://ohranatruda.ru/upload/iblock/ad0/4294820847.pdf>
10. Kel'man F.N., Bruckus E.B., Osherovich R.H. *Metody analiza pri kontrole proizvodstva sernoj kisloty i fosfornyh udobrenij*. Moskva, Nauka, **1963**, 360 s. (In Russ.). https://www.studmed.ru/kelman-f-n-bruckus-e-b-osherovich-r-h-metody-analiza-pri-kontrole-proizvodstva-sernoy-kisloty-i-fosfornyh-udobrenij_6d1ed0c3e7_1.html
11. Orlov D.S., Grishina L.A. *Praktikum po himii gumusa*. Moskva, MGU, **1981**, 271 s. (In Russ.). https://www.studmed.ru/orlov-d-s-grishina-l-a-praktikum-po-himii-gumusa_8caa68f7d7c.html
12. Siggia S., Hanna Dzh. G. *Kolichestvennyj organicheskiy analiz po funkcional'nyh gruppam*. Moskva, Himija, **1983**, 673 s. (In Russ.). <https://thelib.net/31870-kolichestvennyj-organicheskiy-analiz-po-funkcionalnym-gruppam.html>
13. Sil'verstejn R., Webster F., Kiml D. *Spektrometricheskaja identifikacija organicheskikh soedinenij*. Moskva, Binom, **2014**, 557 s. (In Russ.). file:///C:/Users/Cabinet139/Downloads/TheLib.net_book_b913550c8632d27f57a7baf8c25c3c48.pdf

14. Nakamoto K. *ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений*: Пер. с angl. Moskva, Mir, **1991**, 536 s. (In Russ.). <http://www.ncm.unn.ru/files/2021/01/Nakamoto-ИК-спектры-и-спектры-КР-неорганических-и-координационных-соединений.pdf>
15. Sirbu C., Cioroianu T., Rotaru P. About the humic acids and thermal behaviour of some humic acids. *Physics AUC*, **2010**, No.20, 120-126. https://cis01.central.ucv.ro/pauc/vol/2010_20_part1/2010_part1_120_126.pdf
16. Rotaru A., Nicolaescu I., Rotaru P., Neaga C. Thermal characterization of humic acids and other components of raw coal. *J. Therm Anal Calorim.*, **2008**, No. 92(1), 297-300. DOI: 10.1007/s10973-007-8816-y
17. De Melo B.A.G., Motta F.L., Santana M.H.A. Humic acids: Structural properties and multiple functionalities for novel technological developments. *Mater. Sci. Eng.*, **2016**, No. 62, 967-974. DOI: 10.1016/j.msec.2015.12.001
18. Nardi S., Schiavon M., Francioso O. Chemical structure and biological activity of humic substances define their role as plant growth promoters. *Molecules*, **2021**, No. 26(8), .2256-2276. DOI: 10.3390/molecules26082256
19. Laskosky J.D., Mante A.A., Zvomuya F., Amarakoon I., Leskiw L. A bioassay of long-term stockpiled salvaged soil amended with biochar, peat, and humalite. *Agrosyst. Geosci. Environ.*, **2020**, No. 3. 1-11. DOI: 10.1002/agg2.20068
20. Seregina I.I., Nilovskaja N.T. Regulirovanie urozhajnosti jarovoj pshenicy (*Triticum aestivum* L.) pri vyrashhivanii v uslovijah deficita vlagi v pochve putem primenenija molibdena v zavisimosti ot urovnja azotnogo pitaniya. *Agrohimija*, **2021**, №4, 70-78. (In Russ.). DOI: 10.31857/S0002188121040141

ZHAYREM OVERBURDEN ACID LEACHING STUDY

**Sh.N.Kubekova, V.I.Kapralova, A.S.Raimbekova*, K.B.Rysbekov, A.Dalbanbay,
G.T.Ibraimova, A.Z.Mukhanov**

Kazakh National Research Technical University named after K.I. Satpayev - Satbayev University

**E-mail: ainura_748@mail.ru*

Abstract: *Introduction.* Most deposits of manganese ores in Kazakhstan are mined in an open way. This creates large waste dumps that are not disposed of and have a negative impact on the environment. Since these wastes contain various valuable components, they can be used as an alternative raw material source in the production of various inorganic materials. However, there is no practice of involving overburden waste in production in Kazakhstan. *The purpose of this work* is to study the process of leaching overburden waste from the Zhayrem deposit with various mineral acids and the possibility of using the resulting solutions as liquid mineral fertilizers enriched with trace elements. *Results and discussion.* The process of leaching overburden waste from the Zhayrem manganese ore deposit with various mineral acids was investigated. It has been shown that the optimal reagents of the leaching process are nitric and orthophosphoric acids. It was revealed that leaching of overburden waste with 10% solutions of these acids at T: Ж = 1:25 and a temperature of 50 ° C leads to the formation of productive solutions that can be recommended for use as a basis for the production of liquid phosphorus or nitrogen fertilizers containing the trace element manganese.

Key words: manganese ores, overburden waste, acid leaching, productive solution.

Sholpan Nakishbekovna Kubekova	Candidate of Technical Sciences e-mail: s.kubekova@satbayev.university
Victoria Igorevna Kapralova	Doctor of Engineering e-mail: v.kapralova@satbayev.university
Ainur Saginzhankyzy Raimbekova	PhD e-mail: a.raimbekova@satbayev.university
Rysbekov Kanay Bakhytovich	Professor, Doctor of Engineering e-mail: k.rysbekov@satbayev.university
Dalbanbay Amantay	Master of engineering e-mail: a.dalbanbay@satbayev.university
Gulnur Talipbaevna Ibraimova	Master of engineering e-mail: g.ibraimova@satbayev.university
Mukhanov Alikhan Zhandarbekuly	Student a fourth-year student, EP 6B07116 - Technology of Main Production and New Inorganic Materials: e-mail: alekeee_4@mail.ru

Citation: Kubekova Sh.N., Kapralova V.I., Raimbekova A.S., Rysbekov K.B., Dalbanbay A., Ibraimova G.T., Mukhanov A.Z. Zhayrem overburden acid leaching study. *Chem. J. Kaz.*, **2025**, 2(90), 25-32. DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.19>

1. Introduction

Kazakhstan is home to over 100 manganese deposits and occurrences, grouped into 19 major deposits. Approximately 60% of the reserves contain 10–20% manganese, 32% contain 20–30%, and 11% have manganese concentrations above 30%. The total reserves, including explored deposits, amount to about 700 million tons. About 98% of these explored reserves are located in Central Kazakhstan, with approximately 70% comprising iron-manganese ores [1–2].

One of the largest industrial enterprises in Kazakhstan engaged in manganese ore mining is the JSC "Zhaimem Mining and Processing Plant", commissioned in 1972 to develop iron-manganese and barite-polymetallic deposits in the Atasui ore district [3–4]. Manganese ore is extracted exclusively through open-pit mining, which has led to the accumulation of large volumes of overburden rocks. These overburden materials are currently underutilized and disposed of in waste dumps [3].

Overburden rocks refer to geological materials overlying ore bodies and removed during surface mining operations to access valuable minerals [5]. The mineral composition of overburden and host rocks in polymetallic deposits is generally diverse and predominantly composed of non-metallic minerals such as shales, quartzites, clays, limestones, and granites, with silicon compounds as the main components. Consequently, one of the main directions for their reuse is the production of binding agents and construction materials [6–8].

Although overburden utilization is largely absent at most deposits in Kazakhstan, including the Zhaimem deposit, investigating the potential for converting this anthropogenic raw material into new inorganic products is a relevant scientific and practical challenge. Its successful implementation may foster the development of new industries, diversify the country's chemical product range, and improve the environmental conditions around mining operations.

Manganese is a vital micronutrient in phosphate fertilizers. It plays a role in redox reactions, forms part of many enzymes, facilitates carbon dioxide reduction in photosynthesis, aids phosphorus translocation in plants, and affects carbohydrate and protein metabolism [9]. Conventional manganese fertilizers typically use individual chemical compounds such as manganese sulfate [9–10], which increases costs and limits accessibility for agricultural producers.

Therefore, it is scientifically and practically relevant to explore the potential of using metallurgical waste, particularly overburden waste from the Zhaimem deposit, as a raw material source of micronutrients for producing mineral fertilizers.

This study aims to investigate the acid leaching process of Zhaimem overburden using various mineral acids and assess the feasibility of using the resulting leachates as micronutrient-enriched liquid phosphate fertilizers.

2. Experimental Section part

The study focused on crushed overburden materials from the Zhaimem deposit, characterized by a brownish color with earthy tones and particle sizes up to 5 mm.

The chemical composition of the raw overburden and solid residues after acid leaching was analyzed using energy-dispersive X-ray fluorescence (EDXRF) with a Rigaku NEX CG spectrometer.

The phase composition was determined by X-ray diffraction (XRD) using a DRON-3 diffractometer with $\text{CuK}\alpha$ radiation and a β -filter. Parameters: $U = 35$ kV, $I = 20$ mA, scan mode: θ – 2θ , scan speed: $2^\circ/\text{min}$. Phase identification was based on the ICDD PDF2 database using the equal-weight and artificial mixture methods to determine the semi-quantitative phase proportions.

Sulfuric (H_2SO_4), phosphoric (H_3PO_4), and nitric (HNO_3) acids at 40 wt.% concentration were used as leaching agents, with a solid-to-liquid (S:L) ratio of 1:25. Each leaching experiment used 2–2.5 g of overburden and 50 mL of acid. The mixture was stirred for 30 minutes on a shaker, filtered, washed to neutral pH (6–7), dried at 105°C for 1 hour, and then analyzed using XRF and EDXRF methods. Filtrate composition was determined using titrimetric and photolorimetric methods. Experiments were conducted at 25°C and 50°C .

3. Results and discussion

The relative solubility (%) of the overburden in different acids was determined gravimetrically (Table 1). The chemical and mineral compositions before and after leaching are shown in Tables 2 and 3.

Table 1 — Dependence of overburden solubility on acid type and temperature

Temperature ($^\circ\text{C}$)	Leaching Agent		
	H_3PO_4	HNO_3	H_2SO_4
	Solubility (%)		
20	59.50	62.50	38.20
50	61.56	60.20	28.05

Table 2 – Elemental Composition of Solid Residues After Acid Leaching of Zhairam Overburden Waste Using Mineral Acids at Different Temperatures (Based on EDXRF Data)

Content of Main Components, wt. %	Composition of Initial Overburden Waste	Leaching Agent					
		H ₃ PO ₄		HNO ₃		H ₂ SO ₄	
		Temperature (°C)					
		20	50	20	50	20	50
MgO	4.71	2.81	0.00	2.94	2.93	3.63	0.00
Al ₂ O ₃	5.35	6.13	5.78	7.09	7.50	5.73	4.58
SiO ₂	23.90	39.20	39.80	41.80	48.90	31.30	27.70
P ₂ O ₅	0.10	3.25	9.04	0.07	0.00	0.07	0.00
SO ₃	1.01	0.81	0.89	0.77	0.61	1.60	22.10
K ₂ O	0.57	0.75	0.84	0.86	1.00	0.52	0.56
CaO	29.90	0.32	0.30	0.37	0.30	14.90	12.60
TiO ₂	0.34	0.41	0.43	0.38	0.50	0.62	0.39

MnO	24.50	32.60	29.20	32.20	27.10	30.60	21.60
Fe ₂ O ₃	6.52	11.70	11.60	11.70	9.82	9.24	8.60
BaO	1.23	0.75	0.95	1.06	0.42	0.55	0.79
PbO	0.18	0.15	0.13	0.16	0.12	0.17	0.19

Maximum solubility (62.5%) was observed with 40% HNO₃ at room temperature. Increasing the temperature to 50°C slightly decreased solubility to 60.2%. H₃PO₄ showed similar behavior (59.5–61.56%), while H₂SO₄ demonstrated significantly lower solubility, decreasing from 38.2% at 20°C to 28.05% at 50°C (Table 1).

The low solubility in sulfuric acid is attributed to the formation of poorly soluble CaSO₄ as per reaction:

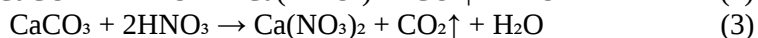
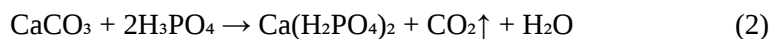


XRF and XRD data confirmed CaSO₄ precipitation on particle surfaces, hindering further leaching. XRD also revealed the presence of CaSO₄·0.5H₂O and CaSO₄·2H₂O in the solid residue (Table 3).

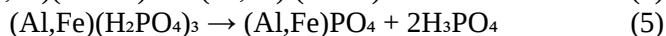
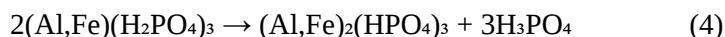
Table 3 – Semi-Quantitative X-Ray Phase Analysis Results of Zhairem Overburden Rocks and Solid Residues After Acid Leaching at 20°C

Phase Name	Chemical Formula	Pre-Leaching Waste Content, wt. %	Content, wt. %		
			H ₃ PO ₄	HNO ₃	H ₂ SO ₄
<i>Calcite</i>	CaCO ₃	29.5	0.0	0.0	46.0
<i>Kaolinite</i>	Al ₂ (Si ₂ O ₅)(OH) ₄	19.8	0.0	0.0	0.0
<i>Braunite</i>	(Mn ₂ O ₃) ₃ MnSiO ₃	14.6	35.0	48.0	21.0
<i>Quartz</i>	SiO ₂	10.7	33.0	34.0	23.0
<i>Hematite</i>	Fe ₂ O ₃	9.6	6.0	6.0	2.0
<i>Barite</i>	BaSO ₄	8.5	6.0	3.0	3.0
<i>Albite</i>	Na(AlSi ₃ O ₈)	3.9	10.0	8.0	2.0
<i>Muscovite</i>	KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂	1.8	0.0	0.0	0.0
<i>Orthoclase</i>	KAlSi ₃ O ₈	1.7	0.0	0.0	0.0
<i>Birnessite</i>	Na _{0.35} Mn ₂ O ₄ ·1.5H ₂ O	0.0	3.0	0.0	3.0
<i>Lipscombite</i>	Fe _{2.95} (PO ₄) ₂ (OH) ₂	0.0	7.0	0.0	0.0

Reactions with phosphoric and nitric acids proceeded with significant calcium removal due to the following:



At elevated temperatures and with decreased H₃PO₄ availability, secondary phosphate minerals such as insoluble aluminum and iron phosphates form:



This is confirmed by the XRD data (Tables 3–4), which show the presence of the lipscombite phase $\text{Fe}_{2.95}(\text{PO}_4)_2(\text{OH})_2$ in the solid residue after leaching with phosphoric acid. The XRD findings are further supported by the EDXRF results (Table 2).

Table 4 – Semi-Quantitative X-Ray Phase Analysis Results of Solid Residues After Leaching of Overburden Waste at 50°C with Different Acids

Mineral	Chemical Formula	Content, wt. %			
		Initial Sample	Residue After H_3PO_4	Residue After HNO_3	Residue After H_2SO_4
<i>Calcite</i>	CaCO_3	29.5	0.0	0.0	35.0
<i>Kaolinite</i>	$\text{Al}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4$	19.8	0.0	0.0	0.0
<i>Braunite</i>	$(\text{Ca}_{0.01}\text{Mg}_{0.13}\text{Mn}_{0.86})(\text{Fe}_{0.03}\text{Mn}_{0.97})_6\text{SiO}_{12}$	14.6	31.0	30.0	15.0
<i>Quartz</i>	SiO_2	10.7	45.0	52.0	16.0
<i>Hematite</i>	Fe_2O_3	9.6	7.0	7.0	5.0
<i>Barite</i>	BaSO_4	8.5	8.0	7.0	5.0
<i>Albite</i>	$\text{Na}(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$	3.9	5.0	4.0	3.0
<i>Muscovite</i>	$\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$	1.8	0.0	0.0	0.0
<i>Orthoclase</i>	KAlSi_3O_8	1.7	0.0	0.0	0.0
<i>Lipscombite</i>	$\text{Fe}_{2.95}(\text{POAl}_4)_2(\text{OH})_2$	0.0	4.0	0.0	0.0
<i>Bassanite</i>	$\text{Ca}(\text{SO}_4)(\text{H}_2\text{O})_{0.5}$	0.0	0.0	0.0	17.0
<i>Gypsum</i>	$\text{Ca}(\text{SO}_4)(\text{H}_2\text{O})_2$	0.0	0.0	0.0	4.0

Based on the results, the leachates obtained after overburden treatment with phosphoric and nitric acids at 50°C show particular promise for further investigation as potential liquid fertilizers. The salt composition of these productive solutions was analyzed using titrimetric methods (for Ca^{2+} and Mg^{2+}) and photocolometric methods (for Mn^{2+} , Fe^{3+} , and Al^{3+}). The results are presented in Table 5.

Table 5 – Salt Composition of Productive Leachates After Acid Leaching of Zhairam Overburden Waste at S:L = 1:25 and 50°C

Acid concentration (%)	Content of Main Components, g/L					
	<i>Phosphoric Acid Leachate</i>					
	$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	$\text{Mg}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	$\text{Mn}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	$\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$	$\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$	$\text{H}_3\text{PO}_4^{\text{cbo}}$
40	51.6	10.6	19.6	8.2	4.4	421.2
10	50.7	10.6	14.5	6.1	2.1	30.6
	<i>Nitric Acid Leachate</i>					
	$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	$\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$	$\text{HNO}_3^{\text{cbo}}$
40	36.2	7.2	14.2	4.6	3.0	450.0
10	36.2	5.4	12.2	4.2	1.8	59.0

The results indicate that the use of 40% H_3PO_4 and HNO_3 as leaching agents leads to a high concentration of residual free acid in the productive leachates (Table 5), rendering them unsuitable for use as liquid fertilizers. Consequently, additional leaching experiments were conducted using 10% acid solutions under the same conditions ($\text{S:L} = 1:25$, temperature 50°C). It was found that the concentrations of key components such as $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ and $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ remained nearly unchanged (Table 5), although a slight decrease in the concentrations of manganese-, aluminum-, and iron-containing compounds was observed.

At the same time, the content of free H_3PO_4 in the leachate was reduced by nearly an order of magnitude, while free HNO_3 decreased by a factor of 7.5 (Table 5).

By partially neutralizing the residual acidity with ammonia to a pH of 5.5–6.0, it is possible to obtain complex NP fertilizers enriched with the micronutrient manganese. Under these conditions, aluminum and iron precipitate as hydroxides, while calcium, magnesium, and manganese remain in solution, as the precipitation pH of their hydroxides lies in a more alkaline range.

Thus, the study demonstrates that one of the viable technological approaches for recycling overburden waste from the Zhairem mining and metallurgical complex is the development of a process for producing liquid complex fertilizers based on phosphoric or nitric acid leachates.

4. Conclusion

The acid leaching process of overburden waste from the Zhairem manganese ore deposit was investigated. It was found that the use of sulfuric acid reduces the solubility of the overburden to 28–38% due to the formation of poorly soluble calcium sulfate on the surface of solid particles, as confirmed by EDXRF and XRD analyses. This surface layer hinders further interaction with the acid reagent.

The solubility of the waste in 40% orthophosphoric and nitric acids was found to be comparable, ranging from 59.50 to 61.56% for H_3PO_4 and from 60.20 to 62.50% for HNO_3 . However, these leachates contained a significant amount of residual free acid.

It was also established that during leaching with phosphoric acid, increasing the process temperature causes part of the readily soluble iron and manganese dihydrogen phosphates to transform into poorly soluble hydro-phosphates, which remain in the solid phase.

Leaching with 10% phosphoric and nitric acids at an S:L ratio of 1:25 and a temperature of 50°C produced leachates that can be recommended as a basis for the production of liquid phosphate or nitrate fertilizers enriched with the micronutrient manganese.

Funding: This research was funded under the Program-Targeted Financing project No. BR21881939 titled “Development of resource-saving energy generating technologies for the mining and metallurgical complex and creation of an innovative engineering center” for 2023–2025, supported by the Committee of Science of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan.

Conflict of Interest: The authors declare no conflict of interest.

ЖӘЙРЕМ КЕН ОРНЫНЫҢ ЖЫНЫС ҚАЛДЫҚТАРЫН ҚЫШҚЫЛМЕН СІЛТІЛЕУ ПРОЦЕСІН ЗЕРТТЕУ

Ш.Н.Кубекова, В.И.Капралова, А.С.Раимбекова*, К.Б. Рысбеков, А.Далбанбай, Г.Т.Ибраимова, А.Ж.Муханов

Казахский национальный исследовательский технический университет имени К.И.Сатпаева – Satbayev University, Алматы, Қазақстан

*E-mail: ainura_748@mail.ru

Түйіндемe. *Kіріспе.* Қазақстандағы марганец кен орындарының көпшілігі ашық әдіспен өндіріледі. Бұл айтарлықтай көлемде жыныс қалдықтарының үйінділерін түзеді, олар қайта өңделмей, қоршаған ортаға теріс әсер етеді. Аталған қалдықтарда әртүрлі құнды компоненттер болғандықтан, оларды бейорганикалық материалдар өндірісінде баламалы шикізат көзі ретінде пайдалануға болады. Алайда, Қазақстанда бұл қалдықтарды өндіріске енгізу тәжірибесі жоқ. *Осы жұмыстың мақсаты* — Жәйрем кен орнының жыныс қалдықтарын әртүрлі минералды қышқылдармен сілтілеу процесін зерттеу және алынған ерітінділерді микроэлементтермен байытылған сұйық минералды тыңайтқыштар ретінде пайдалану мүмкіндігін қарастыру. *Нәтижелер мен талқылау.* Жәйрем марганец кен орнының жыныс қалдықтарын әртүрлі минералды қышқылдармен сілтілеу процесі зерттелді. Сілтілеу процесі үшін ең қолайлы реагенттер — азот және ортофосфор қышқылдары екені анықталды. Бұл қышқылдардың 10%-дық ерітінділерімен, Қ:С=1:25 қатынаста және 50°C температурада сілтілеу нәтижесінде, өнімді ерітінділер алынады. Бұл ерітінділерді микроэлемент — марганецті қамтитын сұйық фосфорлы немесе азотты тыңайтқыштар өндірісінің негізі ретінде пайдалануға болады.

Түйін сөздер: марганец кендері, жер үсті қалдықтары, қышқылды сілтілеу, өнімді ерітінді

Кубекова Шолпан Накишбековна	<i>техника ғылымдарының кандидаты</i>
Капралова Виктория Игоревна	<i>техника ғылымдарының докторы</i>
Раимбекова Айнұр Сагінжанқызы	<i>философия докторы (PhD)</i>
Рысбеков канай Бахытович	<i>Профессор, техника ғылымдарының докторы</i>
Далбанбай Амантай	<i>техника ғылымдарының магистрі</i>
Ибраимова Гульнұр Талипбаевна	<i>техника ғылымдарының магистрі</i>
Муханов Алихан Жандарбекұлы	<i>4-ші оқу жылының студенті, 6B07116- Негізгі өндірістер технологиясы және жаңа материалдар</i>

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА КИСЛОТНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ ВСКРЫШНЫХ ПОРОД МЕСТОРОЖДЕНИЯ ЖАЙРЕМ

Ш.Н.Кубекова, В.И.Капралова, А.С.Раимбекова*, К.Б. Рысбеков, А.Далбанбай, Г.Т.Ибраимова, А.Ж.Муханов

Казахский национальный исследовательский технический университет имени К.И.Сатпаева – Satbayev University

*E-mail: ainura_748@mail.ru

Резюме. *Введение.* Большинство месторождений марганцевых руд Казахстана отрабатывают открытым способом. Это создает большие отвалы вскрышных отходов, которые не утилизируются и оказывают негативное влияние на окружающую среду. Так как эти отходы содержат различные ценные компоненты, то они могут быть использованы как альтернативный сырьевой источник в производстве различных неорганических материалов. Однако практика вовлечения отходов вскрыши в производство в Казахстане отсутствует. *Целью данной работы* является исследование процесса выщелачивания вскрышных отходов месторождения Жайрем различными минеральными кислотами и возможности использования полученных растворов в качестве жидких минеральных удобрений, обогащенных микроэлементами. *Результаты и обсуждение.* Исследован процесс выщелачивания вскрышных отходов месторождения марганцевых руд Жайрем различными

минеральными кислотами. Показано, что оптимальными реагентами процесса выщелачивания являются азотная и ортофосфорная кислоты. Выявлено, что выщелачивание отходов вскрыши 10%-ными растворами этих кислот при Т:Ж=1:25 и температуре 50°C приводит к образованию продуктивных растворов, которые можно рекомендовать к использованию в качестве основы для производства жидких фосфорных или азотных удобрений, содержащих микроэлемент марганец.

Ключевые слова: марганцевые руды, вскрышные отходы, кислотное выщелачивание, продуктивный раствор.

Кубекова Шолпан Накишбековна	<i>Кандидат технических наук</i>
Капалова Виктория Игоревна	<i>Доктор технических наук</i>
Раимбекова Айнура Сагинжанкызы	<i>Доктор философии (PhD)</i>
Рысбеков Канай Бахытович	<i>Профессор, Доктор технических наук</i>
Далбанбай Амантай	<i>Магистр технических наук</i>
Ибраимова Гульнур Талипбаевна	<i>Магистр технических наук</i>
Муханов Алихан Жандарбекулы	<i>Студент 4 года обучения, ОП 6B07116 - ТОПуНМ</i>

References:

1. Mizernaya, M. A., Oitseva, T. A., Kuzmina, O. N., Aitkazyev, T. M., & Chernenko, Z. I. Analysis of the mineral resource of kazakhstan. International Multidisciplinary Scientific GeoConference: *SGEM*, **2024**, 11-18. DOI:10.5593/sgem2024/1.1/s01.02
2. Kunarbekova, M., Yeszhan, Y., Zharylkan, S., Alipuly, M., Zhantikeyev, U., Beisebayeva, A., ... & Azat, S. The state of the art of the mining and metallurgical industry in Kazakhstan and future perspectives: a systematic review. *ES Materials & Manufacturing*, **2024**, 25, 1219. DOI:10.30919/esmm1219
3. Zhairam deposit. Kazakhstan. National Encyclopedia. Almaty: Kazakh Encyclopedia, **2005**, Vol. II. ISBN 9965-9746-3-2. <https://kazneb.kz/ru/catalogue/view/1110697>
4. Ten S. Polymetals of Zhairam. Mining and Metallurgical Industry, **2017**, 5–6. <https://rmebrk.kz/journals/5023/79779.pdf#page=86>
5. Overburden works / Ed. Kozlovsky E.A. Mining Encyclopedia. Moscow: Soviet Encyclopedia, **1989**, Vol. 1. <https://m.eruditor.one/file/633565/>
6. Nurpeisova M.B., Temirkhanov K.K., Gabbasov S.G. Technogenic waste as secondary raw materials. Proc. Int. Sci.-Pract. Conf. “Seifullin Readings – 19”, dedicated to the 110th anniversary of M.A. Hendelman. **2023**, I, Part IV, 312–316. [https://kazatu.edu.kz/webroot/js/kcfinder/upload/files/%D0%BD%D0%B0%D1%83%D0%BA%D0%B0/%D0%A1%D0%A7-19/%D0%A1%D0%A7%202023%20%D1%82%D0%BE%D0%BC%201%20%D1%87%D0%B0%D1%81%D1%82%D1%8C%204\(1\).pdf](https://kazatu.edu.kz/webroot/js/kcfinder/upload/files/%D0%BD%D0%B0%D1%83%D0%BA%D0%B0/%D0%A1%D0%A7-19/%D0%A1%D0%A7%202023%20%D1%82%D0%BE%D0%BC%201%20%D1%87%D0%B0%D1%81%D1%82%D1%8C%204(1).pdf)
7. Shishakina O.A., Palamarchuk A.A. Review of directions for utilization of technogenic waste in the production of building materials. *Int. J. Appl. Fundam. Res.*, **2019**, No. 4, 198–203. <https://s.applied-research.ru/pdf/2019/4/12723.pdf>
8. L.I. Khudyakova. Use of mining waste in production of building materials. XXI century. *Technosphere Safety*. **2017**, 2, 45–56. <https://cyberleninka.ru/article/n/ispolzovanie-othodov-gornodobyvayuschey-promyshlennosti-v-proizvodstve-stroitelnyh-materialov/viewer>
9. Mikhaylova L.A. Agrochemistry: Lecture course. Part 1. Fertilizers: types, properties, chemical composition. Ministry of Agriculture of the Russian Federation, Perm State Agricultural Academy named after academician D.N. Pryanishnikov. Perm: IPC “Prokrost”, **2015**, 426 <https://i.twirpx.link/file/1933514/>.
10. Soltanaeva A., Suleimenov B., Saparov G., Vassilina T. Effect of sulfur-containing fertilizers on the chemical properties of soil and winter wheat yield. *Bulgarian Journal of Agricultural Science*. **2018**, 24, 586–591. <https://www.agrojournal.org/24/04-08.pdf>

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

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

¹JSC Bekturov Institute of Chemical Sciences, Almaty, Kazakhstan

²NJSC Satbayev University, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: rysapaeva95@inbox.ru

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

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

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

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

БЕТАИН НЕГІЗІНДЕГІ ЖАҢА ТЕРЕҢ ЭВТЕКТИКАЛЫҚ ЕРІТКІШТЕР СИНТЕЗІ ЖӘНЕ ЗЕРТТЕЛУІ

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

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

²Satbayev University, КеАҚ, Алматы, Қазақстан

*E-mail: ryspaeva95@inbox.ru

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

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

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

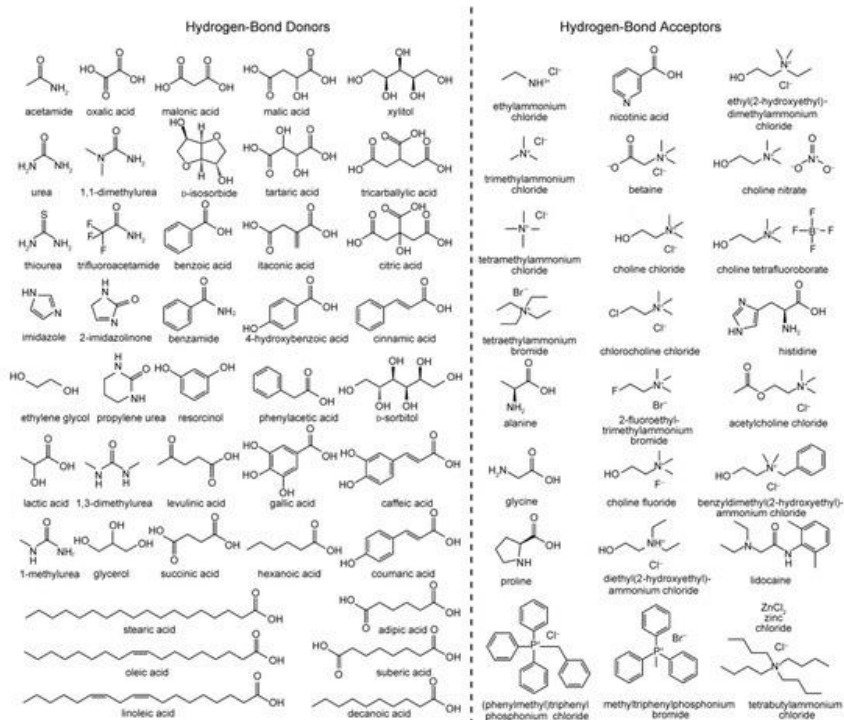
<i>Садықов Қанат Амиркулович</i>	<i>Химия ғылымдарының магистрі</i>
<i>Рыспаева Салимат Букенқызы</i>	<i>Жаратылыстану ғылымдарының магистрі, докторант</i>
<i>Керимкулова Айгүл Жадраевна</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор</i>
<i>Ислам Шолпан Сапарбайқызы</i>	<i>PhD</i>
<i>Адиканова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

1 Кіріспе

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

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

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



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

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

Кесте 1 – ТЭЕ құрамына байланысты түрлері

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

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

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

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

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

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

2.Тәжірибелік бөлім

ТЭЕ үшін келесі компоненттер қолданылды (кесте 2):

Кесте 2 – ТЭЕ синтезінде қолданылған компоненттер

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

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

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

Кесте 3 – Терең эвтектикалық еріткіштердің бастапқы компоненттерінің арақатынасы

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

3. Нәтижелер және оларды талқылау

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

Кесте 4 – Синтезделген ТЭЕ физикалық қасиеттерінің мәндері

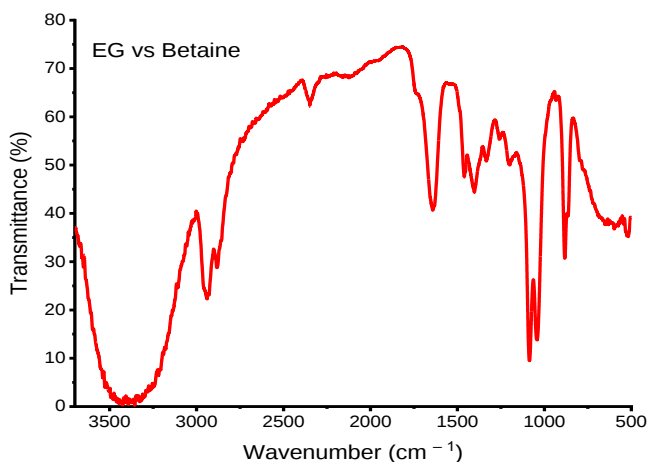
ТЭЕ атауы	рН	Тығыздығы, г/см ³	Тұтқырлық, сР
Бетаин:Глицерин	6.7	1.12	135.3
Бетаин:Этиленгликоль	7.0	1.03	133.5

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

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

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

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



Сурет 2 - Бетаин мен этиленгликольдің қосындысы негізіндегі ТЭЭ ИҚ спектрі

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

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

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

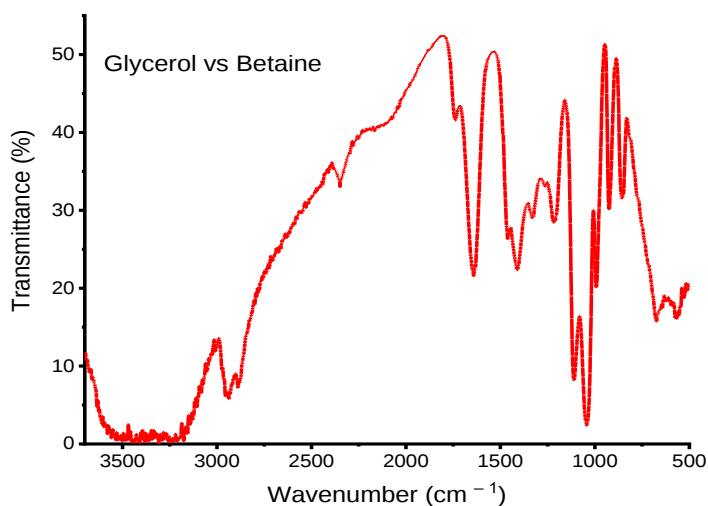
-Аммоний (NH₄⁺) спектрлері: $1600\text{--}1400\text{ см}^{-1}$ аймағында бетаиндегі аммоний иондарымен байланысты шыңдар байқалады.

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

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

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

Бетаин және глицериннен тұратын ТЭЭ ИҚ спектрі төменде көрсетілген.



Сурет 3 - Бетаин және глицериннен тұратын ТЭЕ ИҚ спектрі

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

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

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

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

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

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

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

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

4. Қорытынды

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

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

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

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

СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ ГЛУБОКИХ ЭВТЕКТИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ НА ОСНОВЕ БЕТАИНА

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

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

²Satbayev University, НАО, Алматы, Казахстан

*E-mail: ryspaeva95@inbox.ru

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

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

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

References

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

INCREASING THE BIOLOGICAL ACTIVITY OF HUMIC COMPOUNDS BY MODIFYING THEM UNDER VARIOUS CONDITIONS

U.Zh. Dzhusipbekov, G.O. Nurgalieva, Z.K. Bayakhmetova*, E.A. Tussupkaliev, A.K. Shakirova, D. Duisenbai, U.B. Aksakalova, A.N. Altyruova

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

*E-mail: zamirabkz@mail.ru

Abstract. *Introduction.* Humic substances are multifunctional organic compounds; modification of their macromolecules allows obtaining new compounds with tailored properties and diverse compositions. Research is ongoing, but harsh conditions often lead to structural degradation. Therefore, chemical modification of humic compounds under mild conditions using affordable reagents is relevant for improving properties and expanding applications. The aim is to study the influence of various factors on obtaining new compounds through the interaction of sodium humate and aluminum orthophosphate. *Methods.* Standard methods, functional and X-ray diffraction analysis, Fourier-transform infrared spectroscopy. *Results and Discussion.* The study determined the dependence of the modification process of sodium humate derived from lignite with aluminum orthophosphate on the ratio of initial substances, temperature, and time. Analysis showed that by changing the solid-to-liquid ratio from 1:5 to 1:15, temperature from 20°C to 80°C, and time from 10 to 120 minutes, the yield of humic acids increases to 4.20%, N content – to 1.15%, P₂O₅ – to 31.18%, COOH groups – to 1.91 mmol/g, OHphen. – to 1.01 mmol/g, and static exchange capacity – to 14.73 mg-eq/g. *Conclusion.* It was found that the interaction of sodium humate with aluminum orthophosphate involves ion exchange and complexation reactions. The resulting organomineral compounds exhibit increased content of acidic groups, humic acids, phosphorus, and nitrogen. Chemical modification of humates with phosphates of varying basicity under mild conditions can produce humate-containing preparations with high biological activity and efficiency for use in agriculture, industry, and environmental purposes.

Keywords: humic acids, aluminum orthophosphate, acidic groups, modified humate, organomineral compounds, biological activity

Dzhussipbekov Umirzak Zhumasilovich	Doctor of Technical Sciences, Professor, e-mail: jussipbekov@mail.ru
Nurgalieva Gulzipa Oryntaevna	Doctor of Chemical Sciences, e-mail: N_gulzipa@mail.ru
Bayakhmetova Zamira Kenesbekovna	Candidate of Chemical Sciences, e-mail: zamirabkz@mail.ru
Tussupkaliev Ersin Adietovich	Candidate of technical Sciences, e-mail: t_ersin@mail.ru
Shakirova Ainur Kyzyrbekovna	Candidate of Chemical Sciences, e-mail: Sh_ainura1029@mail.ru
Duisenbai Dulat	Junior researcher, e-mail: dulat_211@mail.ru
Aksakalova Ulzhan Bagzhanovna	Engineer, e-mail: ulzhan.9494@mail.ru
Altyruova Alina Nurbaevna	Engineer, e-mail: aaltyruova@gmail.com

Citation: Dzhusipbekov U.Zh., Nurgalieva G.O., Bayakhmetova Z.K., Tussupkaliev E.A., Shakirova A.K., Duisenbai D., Aksakalova U.B., Altyruova A.N. Increasing the biological activity of humic compounds by modifying them under various conditions. *Chem. J. Kaz.*, **2025**, 2(90), 42-51. (In Kaz.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.21>

ӘРТҮРЛІ ЖАҒДАЙДА ГУМИНДІ ҚОСЫЛЫСТАРДЫ ТҮРЛЕНДІРУ АРҚЫЛЫ БИОЛОГИЯЛЫҚ БЕЛСЕНДІЛІГІН АРТТЫРУ

**Ө.Ж. Жүсіпбеков, Г.О. Нұрғалиева, З.К. Баяхметова*, Е.Ә. Түсіпқалиев,
А.Қ. Шакирова, Д. Дүйсенбай, У.Б. Ақсақалова, А.Н. Алтыруова**

Ө.Б.Бектұров атындағы химия ғылымдары институты АҚ, Алматы, Қазақстан

*E-mail: zamirabkz@mail.ru

Түйіндемесі. *Kіріспе.* Гуминді заттар көп функциялы органикалық қосылыстар болғандықтан, олардың макромолекуласын түрлендіру арқылы қасиеттері белгіленген, құрамы әртүрлі жаңа қосылыстар алуға болады. Бұл бағытта зерттеулер жүргізілуде, бірақ түрлендіру көбінесе қатаң жағдайларда жүргізілетіндіктен, олардың құрылымының ыдырауына әкеледі. Осыған байланысты гуминді қосылыстарды жұмсақ жағдайда қолжетімді және арзан реагенттерді пайдалану арқылы химиялық түрлендіру негізінде қасиеттері жақсартылған және олардың қолдану аясын кеңейтетін бағытта зерттеулер жүргізу өзекті болып табылады. *Жұмыстың мақсаты* натрий гуматы мен алюминий ортофосфатын әрекеттестіру арқылы жаңа қосылыстарды алу үдерісіне әртүрлі факторлардың әсерін зерттеу. *Әдістер.* Стандартты әдістемелер, функционалдық және рентгенфазалық талдау, инфрақызыл-Фурье-спектроскопия. *Нәтижелер мен талқылау.* Зерттеу барысында алюминий ортофосфатымен қоңыр көмірден алынған натрий гуматын түрлендіру үдерісінің бастапқы заттардың қатынастарына, температура мен уақытқа тәуелділігі анықталды. Тәжірибе кезінде алынған мәліметтерді талдау қатты:сұйық (Қ:С) қатынасын 1:5-тен 1:15-ке, температураны 20°C-тан 80°C-қа, ал уақытты 10-нан 120 минутқа өзгерткенде синтезделген заттардың құрамындағы гумин қышқылдарының шығымы 4.20%-ға, N мөлшері – 1.15%-ға, P₂O₅ – 31.18%-ға, COOH-топтарының саны – 1.91 ммоль/г, OH_{фен.} – 1.01 ммоль/г, ал статикалық алмасу сыйымдылығы – 14.73 мг-экв/г дейін артатындығын байқатты. *Қорытынды.* Жүргізілген зерттеулердің негізінде натрий гуматы алюминий ортофосфатымен әрекеттескенде ион алмасу және кешен түзу реакцияларының жүретіндігі анықталып, түзілген органоминаралдық қосылыстардың құрамындағы қышқылды топтардың, гумин қышқылдарының, фосфор мен азоттың мөлшерлерінің жоғарлайтындығы айқындалды. Гуматтарды негізділігі әртүрлі фосфаттармен жұмсақ жағдайда химиялық түрлендіру арқылы биологиялық белсенділігі мен тиімділігі жоғары құрамында гуматы бар препараттарды алуға және бұларды ауыл шаруашылығында, өндірістің әртүрлі салаларында және экологиялық мақсаттарға пайдалануға болатындығы көрсетілді.

Түйін сөздер: гумин қышқылдары, алюминий ортофосфаты, қышқылды топтар, түрлендірілген гумат, органоминаралдық қосылыстар, биологиялық белсенділік

Жүсіпбеков Өмірзақ Жұмасілұлы	<i>Техника ғылымдарының докторы, профессор</i>
Нұрғалиева Гулзипа Орынтайқызы	<i>Химия ғылымдарының докторы</i>
Баяхметова Замира Кеңесбекқызы	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
Түсіпқалиев Еркін Әдиетұлы	<i>Техника ғылымдарының кандидаты</i>
Шакирова Айнұр Қызырбекқызы	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
Дүйсенбай Дулат	<i>Кіші ғылыми қызметкер</i>
Ақсақалова Ұлжан Бағжанқызы	<i>Инженер</i>
Алтыруова Алина Нұрбайқызы	<i>Инженер</i>

1. Кіріспе

Қазіргі уақытта ғылыми әдебиеттерде гумин қышқылдарының (ГҚ) құрылымы мен физика-химиялық қасиеттерін модельдеу бойынша көптеген шолулар, сондай-ақ ГҚ органикалық және бейорганикалық заттармен байланысуын және оларды түрлендіру әдістерін зерттеуге көп көңіл бөлінуде. Гумин қышқылдары – шымтезек, қоңыр және тотыққан көмірлерде, топырақта және түп шөгінділерінде болатын тұрақсыз

құрылымды табиғи жоғары молекулалы қосылыстар. Әртүрлі көздерден алынған ГҚ элементтік құрамымен, конденсация дәрежесімен, ароматты ядролардың орын басуымен, гидрофильді және гидрофобты фрагменттердің қатынасымен ерекшеленеді [1, 2]. Зерттеушілердің үлкен қызығушылығы ГҚ химиялық түрленуіне бағытталған, бұл әдіс бастапқы ГҚ қасиеттерінен өзгеше қасиеттері бар препараттарды алуға мүмкіндік береді. Химиялық түрлендіруде функционалдық топ құрамын өзгерту арқылы сорбцияға қабілеттілікті, биологиялық белсенділікті арттыруға, тотығу-тотықсыздану қасиеттерін реттеуге болады [3]. ГҚ түрленуін құрылымды зерттеу үшін қолдануға болады. Түрлендіру үшін әртүрлі реакциялар қолданылады, мысалы, тотықсыздану, гидролиз, алкилдеу, ацилдену және т.б. ГҚ гидробромдау реакцияларын жүргізу және олардың құрылымына құрамында индол бар фрагменттерді енгізу оның биологиялық белсенділігінің ұлғаюына ықпал етеді [4, 5]. [6] жұмыста табиғи және түрлендірілген гумин қышқылдарының биологиялық белсенділігі зерттеліп, бастапқы гумин қышқылдарымен салыстырғанда калий перманганатымен тотыққан гумин қышқылдары, сонымен қатар метилалкилленген гумин қышқылдары ең тиімді екендігі көрсетілген. Авторлар [7, 8] гумин қышқылдарының сутегі асқын тотығымен H_2O_2 тотығуы карбонил, карбоксил және құрамында алкил фрагменттері бар оттегінің мөлшерін көбейтетіндігін және түрленген қышқылдардың металл иондарына (Cu^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Mn^{2+}) сорбциялық қабілеті артатындығын анықтаған. Сутегі асқын тотығымен түрлендіру бастапқымен салыстырғанда гумин қышқылдарындағы парамагниттік қосылыстардың мөлшерін төмендетеді.

Ғылыми әдебиеттертерді талдау гуминді қосылыстарды түрлендіру оның құрылымы мен қасиеттерін өзгертетіндігін және қасиеттері бөлек жаңа заттарды алуға болатындығын көрсетті. Сондықтан, бұл жұмыстың мақсаты: натрий гуматы мен алюминий ортофосфатын әрекеттестіру арқылы жаңа қосылыстарды алу үдерісіне әртүрлі факторлардың әсерін зерттеу.

2. Тәжірибелік бөлім

Тәжірибеде Алматы облысындағы Ойқарағай кен орнының қоңыр көмірінен бөлінген натрий гуматы (ГҚ шығымы NA^{daf} – 45.15%; күлділігі A^{a} – 28.51%; ылғалдылығы W^{a} – 10.32%) және алюминийдің ортофосфаты (P_2O_5 – 44.6%; Al_2O_3 – 32.0%) қолданылды.

1.5%-дық натрий гуматы мен алюминий ортофосфатының әрекеттесуі химиялық ыдыста қатты және сұйық (Қ:С) Қ:С=1:5÷15 қатынасында 20-80°C аралығында 10-120 мин жүргізілді. Түзілген жаңа заттардың құрамындағы гумин қышқылдарының, фосфор және азоттың, қышқылды топтардың –COOH пен фенолды гидроксилдің ($\text{OH}_{\text{фен.}}$) мөлшерлері, статикалық алмасу сыйымдылығы (САС) химиялық әдістермен [9-12] анықталды.

ИҚ-спектроскопиялық зерттеу «ThermoElectron» ИҚ-Фурье-спектрометрінде (Nicolet 5700, АҚШ) $4000-400\text{ см}^{-1}$ толқындар диапазонында жүргізіліп, ИҚ-спектрлердегі жұтылу жолақтары әдеби деректер [13, 14] бойынша талданды. Синтезделген заттардың фазалық құрамы ток күші 40 мА және кернеуі 40 кВ кезінде «DW-XRD-27» дифрактометрінде (Cu-сәулелену) анықталды [15].

3. Нәтижелер және оларды талқылау

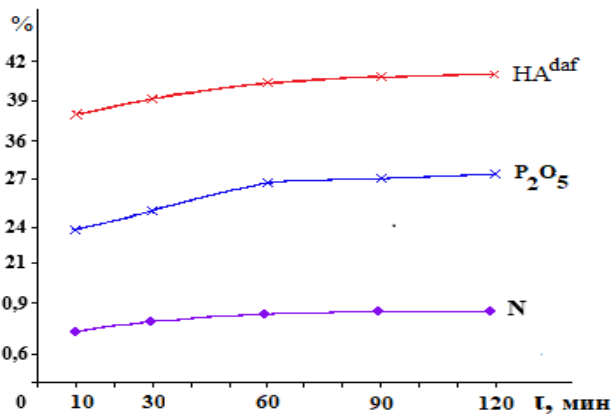
Натрий гуматын алюминий ортофосфатымен түрлендіргенде олардың жүйедегі қатынасын және температураны өзгерту ГҚ, фосфор мен азоттың мөлшерлеріне әртүрлі әсер ететіні анықталды. Тәжірибе нәтижелері (кесте) Қ:С қатынасын 1:5-тен 1:15-ке жоғарылатқанда температураға байланыссыз фосфордың мөлшері азайып, ал ГҚ шығымы мен азоттың мөлшері артатындығын көрсетті. Мысалы, 60°C-та 60 минутта Қ:С қатынасы 1:5-тен 1:15-ке өзгергенде P_2O_5 мөлшері 34.79-дан 30.17%-ға кемиді, HA^{daf} – 32.90-нан 42.90%-ға, N – 0.93-тен 1.00%-ға жоғарылайды. Температураны 20°C-тан 80°C-қа жоғарылатқанда Қ:С қатынасына байланыссыз фосфор мөлшері 26.68-ден 31.81%-ға, ГҚ шығымы – 40.30-дан 44.20%-ға және азот мөлшері –0.82-ден 1.15%-ға артады (кесте, Қ:С=1:15).

Кесте – Қ:С қатынасы мен температураға байланысты фосфор, гумин қышқылдардың шығымы және азот мөлшерлерінің көрсеткіштері

T, °C	Қ:С			
	1:5	1:7	1:10	1:15
Фосфор мөлшері, %				
20	30.70	29.21	27.64	26.68
40	32.64	30.99	29.36	28.24
60	34.79	33.07	31.36	30.17
80	37.18	35.08	33.07	31.81
Гумин қышқылдардың шығымы, %				
20	29.70	33.60	38.65	40.30
40	31.26	35.62	39.89	41.60
60	32.90	36.91	41.00	42.90
80	34.23	38.29	42.22	44.20
Азот мөлшері, %				
20	0.69	0.72	0.76	0.82
40	0.80	0.83	0.86	0.89
60	0.93	0.95	0.98	1.00
80	1.07	1.10	1.15	1.15

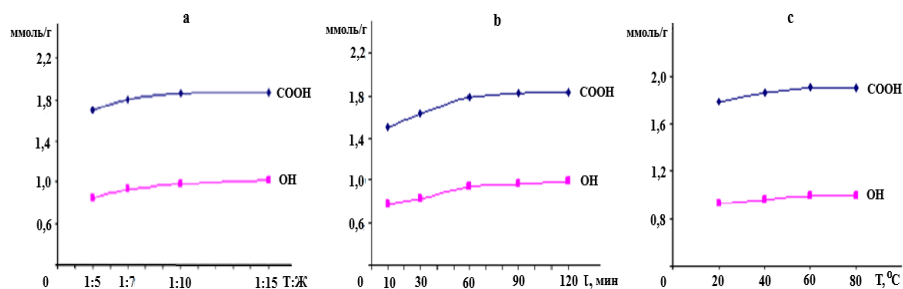
Алынған нәтижелер (1-сурет) Қ:С қатынасына қарамастан барлық температура мәндерінде уақыттың 10-нан 120 минутқа дейін артуы HA^{daf} ,

P_2O_5 және N мәндерінің жоғарылайтындығын байқатты. Мәселен, $K:C=1:15$, температура $20^\circ C$ -та N мөлшері 0.85%-ға, P_2O_5 – 27.21%-ға, HA^{daf} – 41.00%-ға өседі.

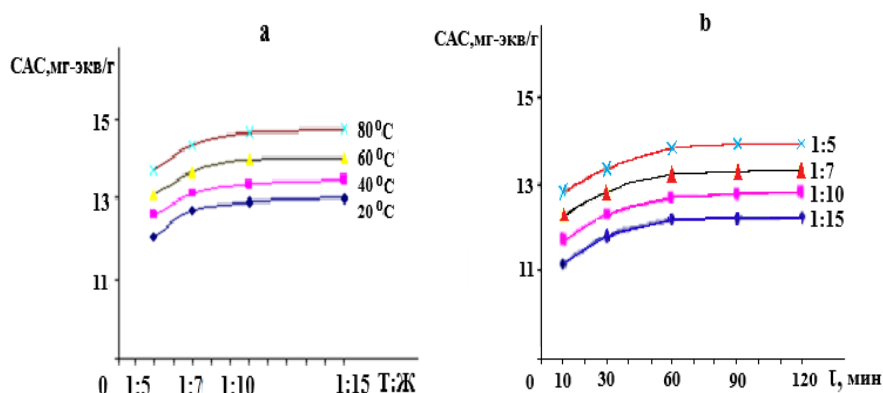


Сурет 1 – ГҚ шығымы, фосфор және азот мөлшерлеріне уақыттың әсері

ГҚ құрамына әртүрлі функционалдық топтар (гидроксил, карбоксил, карбонил, фенолды гидроксил, хинон-, азот- пен күкірті бар және т.б.) кіретін полидисперсті макромолекулалар болғандықтан көп мақсатта қолданылады [1, 2, 4]. $COOH$ және $OH_{фен.}$ – топтары гуминді қосылыстардың тығайтқыштық, өсімдіктің өсуін тездеткіштік, антиоксиданттық қабілеттерін, ал статикалық алмасу сыйымдылығы сорбцияға бейімділігін сипаттайды. 2- және 3-суреттегі мәліметтер $K:C$ қатынасын, уақыт пен температураны жоғарылатқанда осы көрсеткіштердің өсетінін көрсетті. Мәселен, $COOH$ -топтардың мөлшері 1.50-тен 1.91 ммоль/г, ал $OH_{фен.}$ – 0.78-тен 1.01 ммоль/г, ал SAC – 11.18-ден 14.73 мг-экв/г болады. Демек, синтезделген құрамында гуматы бар қосылыстардың қасиеттерінің жақсарғандығы байқалды.



Сурет 2 – Қышқылды топтардың мөлшерінің $K:C$ қатынасына (а), уақытқа (b) және температураға (c) тәуелділігі.

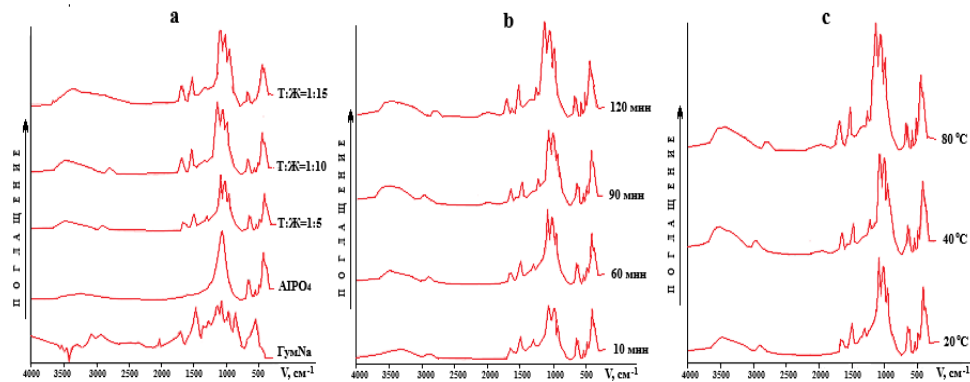


Сурет 3 – Өнімнің статикалық алмасу сыйымдылығына температура мен Қ:С қатынасының (а) және уақыттың (б) әсері

Түрлендірілген гуматтың ИҚ-спектрлерінде бастапқы реагенттермен салыстырғанда өзгерістер болатындығы анықталды (4-сурет). ИҚ-спектр нәтижелері натрий гуматын алюминий ортофосфатымен түрлендіргенде жаңа қосылыстардың түзілуі жұтылу жолақтарының өзгеруіне әсер ететіндігін көрсетеді [13, 14]. Спектрлердегі $3520-3400\text{ см}^{-1}$ аумағындағы кең жұтылу жолақтары молекулааралық сутектік байланыстағы ОН- пен амидтердегі NH-топтарының валенттік ν тербелістеріне, ал $2910-2800\text{ см}^{-1}$ – әлсіз жолақтар алкандардағы CH_2 -тобының ν тербелістеріне тән, бұлардың қарқындылығы температура мен уақытты жоғарлатқанда артатындығы анықталды. $1610-1605$ және $1530-1490\text{ см}^{-1}$ аумағында COOH -тобының C=O -байланысының ν_s , ν_{as} және ароматты қосылыстардың C=C байланыстарының жазықтық ν тербелістерінің жұтылу жолақтарының қабаттасуы байқалса, $1380-1310\text{ см}^{-1}$ аймағында фенолдардың ОН байланысының деформациялық δ тербелістері айқындалды. Біріншілік және екіншілік спирттердің ОН-топтарының δ тербелістерінің $1130-1125$ және $1050-1030\text{ см}^{-1}$ аумағындағы жұтылу жолақтары мен PO_4^{3-} -иондарының 1050 см^{-1} жұтылу жолақтарының, гуматтардың алюминиймен кешенді қосылыстарындағы Me-O байланыстарының $990-490\text{ см}^{-1}$ және фосфаттардың $735-500\text{ см}^{-1}$ аралығындағы тербелістерінің сәйкес келуінен осы аралықта ИҚ-спектрде өзгерістер болады. Синтезделген заттардың ИҚ-спектрлері зерттеліп отырған факторлардың әсерінен жоғарыда аталған жұтылу жолақтарының пішіндері және қарқындылықтары өзгеретінін көрсетті. ИҚС нәтижелері негізінде натрий гуматының алюминий ортофосфатымен әрекеттесуі кезінде ион алмасу және кешентүзу реакцияларының жүретіндігі және ГҚ құрылымына фосфатты топтарды енгізуге болатындығы анықталды.

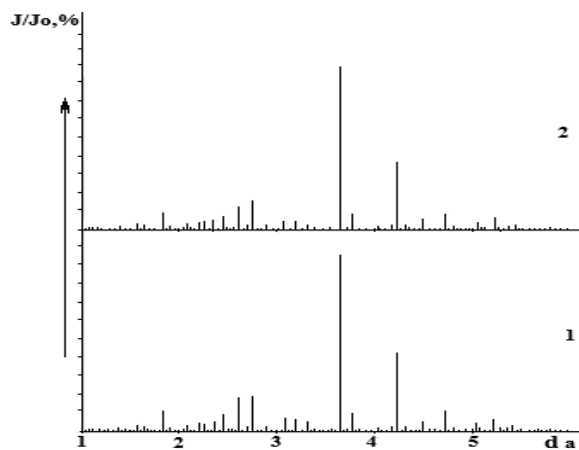
Рентгенфазалық талдау әдісі арқылы (5-сурет) синтезделген заттардың құрамында натрийдің ортофосфаты ($d_a=4,86; 4,21; 3,62; 3,36; 2,80; 1,83\text{ Å}$

жазықаралық қашықтықтағы дифракциялық максимумдары) бар екендігі анықталды [15], ал ИҚС-мен дәлелденген алюминийдің гуматы аморфтылығына байланысты рентгенограммаларда көрінбейді.



Синтезделген қосылыстар: а – Қ:С қатынасында; б – уақытта; с – температурада

Сурет 4 – Қолданылған реагенттер мен түзілген заттардың ИҚ-спектрлері



белсенділігін жоғарылататын көрсетті. Натрий гуматын химиялық түрлендіру арқылы осы экологиялық қауіпсіз табиғи қосылыстар негізінде бастапқы ГҚ асып түсетін құнды қасиеттері бар – жаңа органоминералдық қосылыстар алынды, оларды тыңайтқыш, өсуді реттегіш, топырақ құрылымын жақсартқыш, сорбент, антиоксидант және т.б. ретінде қолдануға болады. Тәжірибе барысында синтезделген өнімдердің құрамы мен қасиеттерінің әртүрлі факторларға байланыстылығы айқындалды.

Қаржыландыру: Зерттеу жұмысы Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігі Ғылым комитеті жүзеге асырып жатқан 2024-2026 жылдарға арналған ғылыми зерттеулерді мақсатты қаржыландыру бағдарламасы бойынша BR27101179 қаржыландырылды.

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

ПОВЫШЕНИЕ БИОЛОГИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ ГУМИНОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ ПУТЕМ ИХ МОДИФИКАЦИИ В РАЗЛИЧНЫХ УСЛОВИЯХ

У.Ж. Джусипбеков, Г.О. Нурғалиева, З.К. Баяхметова, Е.А. Тусупкалиев, А.К. Шакирова, Д. Дүйсенбай, У.Б. Аксакалова, А.Н. Алтыруова*

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

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

Резюме. *Введение.* Гуминовые вещества являются многофункциональными органическими соединениями, путем модификации их макромолекул можно получать новые соединения с заданными свойствами и различным составом. Исследования в этом направлении ведутся, но поскольку модификация часто осуществляется в жестких условиях, это приводит к разрушению их структуры. В связи с этим актуальным является проведение исследований химической модификации гуминовых соединений в мягких условиях с использованием доступных и недорогих реагентов для улучшения свойств и расширения области их применения. *Цель работы* – изучение влияния различных факторов на процесс получения новых соединений путем взаимодействия гумата натрия и ортофосфата алюминия. *Методы.* Стандартные методы, функциональный и рентгенофазовый анализ, инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье. *Результаты и обсуждение.* В ходе исследования определена зависимость процесса модификации гумата натрия, полученного из бурого угля, ортофосфатом алюминия от соотношения исходных веществ, температуры и времени. Анализ полученных в ходе эксперимента данных показал, что при изменении соотношения твердого к жидкому (Т:Ж) от 1:5 до 1:15, температуры от 20°C до 80°C и времени от 10 до 120 минут, выход гуминовых кислот в составе синтезированных веществ увеличивается до 4.20%, содержание N – до 1.15%, P₂O₅ – до 31.18%, количество COOH-групп – до 1.91 ммоль/г, OH_{фен.} – до 1.01 ммоль/г, а статическая обменная емкость – до 14.73 мг-экв/г. *Заключение.* На основании проведенных исследований установлено, что при взаимодействии гумата натрия с ортофосфатом алюминия протекают реакции ионного обмена и комплексообразования, а в образующихся органоминеральных соединениях увеличивается содержание кислотных групп, гуминовых кислот, фосфора и азота. Показано, что путем химической модификации гуматов с фосфатами различной основности в мягких условиях можно получать гуматсодержащие препараты с высокой биологической активностью и эффективностью и использовать их в сельском хозяйстве, различных отраслях промышленности и в экологических целях.

Ключевые слова: гуминовые кислоты, ортофосфат алюминия, кислотные группы, модифицированный гумат, органоминеральные соединения, биологическая активность

<i>Джусипбеков Умирзак Жумасилович</i>	<i>Доктор технических наук, профессор</i>
<i>Нурғалиева Гулзипа Орынтаевна</i>	<i>Доктор химических наук</i>
<i>Баяхметова Замира Кенесбековна</i>	<i>Кандидат химических наук</i>
<i>Тусупқалиев Ерсин Адиевич</i>	<i>Кандидат технических наук</i>
<i>Шакирова Айнуր Кызырбековна</i>	<i>Кандидат химических наук</i>
<i>Дуйсенбай Дулат</i>	<i>Младший научный сотрудник</i>
<i>Аксакалова Улжан Бағжановна</i>	<i>Инженер</i>
<i>Алтыруова Алина Нурбаевна</i>	<i>Инженер</i>

Әдебиеттер тізімі

1. Qin S., Xu C., Xu Y., Bai Y., Guo F. Molecular Signatures of Humic Acids from Different Sources as Revealed by Ultrahigh Resolution Mass Spectrometry. *J. Chem.* **2020**, Vol. 2020, 1-11. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1155/2020/7171582>
2. Machado W., Franchini J.C., Guimaraes M.de F., Filho J.T. Spectroscopic characterization of humic and fulvic acids in soil aggregates, Brazil. *Heliyon*. **2020**, Vol. 6, Issue 6, 1-8. https://www.researchgate.net/publication/341983848_Spectroscopic_characterization_of_humic_and_fulvic_acids_in_soil_aggregates_Brazil
3. Жеребцов С.И., Малышенко Н.В., Смотрина О.В., Брюховецкая Л.В., Исмагилов З.Р. Сорбция катионов меди нативными и модифицированными гуминовыми кислотами. Химия в интересах устойчивого развития. **2016**, Т.24, №3, 399-403. <https://doi.org/10.15372/KhUR20160316>
4. Лебедева Г.Ф., Яркова Т.А., Платонов В.В., Проскуряков В.А. Химическая модификация торфяных гуминовых кислот с целью повышения их биологической активности. *Журн. прикл. хим.* **2005**, Т.78, Вып.8, 1384-1387. <http://irb.technolog.edu.ru>
5. Яркова, Т.А. Химическая модификация гуминовых кислот путем введения индолсодержащих фрагментов. *Химия твердого топлива*. **2011**, №4, 49-55. <https://lib-db.kuzstu.ru/input/baseview.php?id=4370>
6. Dobbss L.B., Canellas L.P., Olivares F.L. Aguiar N.O., Peres L.E., Azavedo M., Spaccini R., Picollo A., Facanda A.R. Bioactivity of chemically transformed humic substances from vermicompost on plant root growth. *J. Agric. Food Chem.* **2010**, V. 58, №6, P. 3681-3688. DOI:10.1021/jf904385c
7. Малышенко Н.В., Жеребцов С.И., Смотрина О.В., Брюховецкая Л.В., Исмагилов З.Р. Оценка биологической активности буроугольных комплексных гранулированных гуматных удобрений. *Химия в интересах устойчивого развития*. **2015**, Т.23, №4. С. 60-62. <https://doi.org/10.15372/KhUR20150415>
8. Хилько С.Л., Таперко Г.В., Рогатко М.И. Взаимодействие солей модифицированных гуминовых кислот с солями переходных металлов. *Вестник НовГУ*. **2021**, №4 (125), 68-71. DOI: [https://doi.org/10.34680/2076-8052.2021.4\(125\)](https://doi.org/10.34680/2076-8052.2021.4(125))
9. ГОСТ 9517-1994. *Топливо твердое. Методы определения выхода гуминовых кислот*. Минск.: Изд-во стандартов, **1996**, 8 с. <https://internet-law.ru/gosts/gost/9603/>
10. Кельман Ф.Н., Бруцкус Е.Б., Ошерович Р.Х. *Методы анализа при контроле производства серной кислоты и фосфорных удобрений*. Москва, Наука, **1963**, 360 с. https://www.studmed.ru/kelman-f-n-bruckus-e-b-osherovich-r-h-metody-analiza-pri-kontrol-e-proizvodstva-sernoy-kisloty-i-fosfornyh-udobreniy_6d1ed0c3e71
11. Орлов Д.С., Гришина Л.А. *Практикум по химии гумуса*. М.: МГУ, **1981**, 271 с. <https://ru.z-library.se/book/2721524/756f49/>
12. ГОСТ 20255.1-89. *Иониты. Методы определения обменной емкости*. Москва, ИПК Изд-во стандартов, **2002**, 5 с. <https://gostrf.com/normadata/1/4294833/4294833087.pdf>
13. Сильверстейн Р., Вебстер Ф., Кимл Д. *Спектрометрическая идентификация органических соединений*. М.: Бином, **2014**, 557 с. <https://djvu.online/file/iQXhKxo0Cw08c?ysclid=lvahxkods999232646>
14. Шакс И.А., Файзуллина Е.М. Инфракрасные спектры ископаемого органического вещества. М.: Недра, **1974**, 131 с. <https://ru.z-library.se/book/3048898/f5c511>
15. Кузнецова Г.А. *Качественный рентгенофазовый анализ. Методические указания*. Иркутск: ИГУ, **2005**, 28 с. https://vk.com/wall-70921366_45800?Ysclid=lvaikndevm672597709

References

1. Qin S., Xu C., Xu Y., Bai Y., Guo F. Molecular Signatures of Humic Acids from Different Sources as Revealed by Ultrahigh Resolution Mass Spectrometry. *J. Chem.* **2020**, Vol. 2020, 1-11. <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1155/2020/7171582>
2. Machado W., Franchini J.C., Guimaraes M.de F., Filho J.T. Spectroscopic characterization of humic and fulvic acids in soil aggregates, Brazil. *Heliyon*. **2020**, Vol. 6, Issue 6, 1-8. https://www.researchgate.Net/publication/341983848_Spectroscopic_characterization_of_humic_and_fulvic_acids_in_soil_aggregates_Brazil
3. Zhrebtsov S.I., Malysenko N.V., Smotrina O.V., Bryukhovetskaya L.V., Ismagilov Z.R. Sorption of copper cations by native and modified humic acids. *Chemistry for Sustainable Development*. **2016**, Vol.24, No.3, 399-403. (In Russ.). <https://doi.org/10.15372/KhUR20160>
4. Lebedeva G.F., Yarkova T.A., Platonov V.V., Proskuryakov V.A. Chemical modification of peat humic acids to increase their biological activity. *J. Applied Chemistry*. **2005**, Vol.78, Issue 8, 1384-1387. (In Russ.). <http://irb.technolog.edu.ru>
5. Yarkova, T. A. Chemical modification of humic acids by introducing indole-containing fragments. *Chemistry of solid fuel*. **2011**, No.4, 49-55. (In Russ.). <https://lib-db.kuzstu.ru/input/baseview.php?id=4370>
6. Dobbss L.B., Canellas L.P., Olivares F.L. Aguiar N.O., Peres L.E., Azavedo M., Spaccini R., Picollo A., Facanda A.R. Bioactivity of chemically transformed humic substances from vermicompost on plant root growth. *J. Agric. Food Chem.* **2010**, V. 58, №6, P. 3681-3688. DOI:10.1021/jf904385c
7. Malysenko N.V., Zhrebtsov S.I., Smotrina O.V., Bryukhovetskaya L.V., Ismagilov Z.R. Evaluation of biological performance of brown coal complex granulated humate fertilizers. *Chemistry for Sustainable Development*. **2015**, Vol.23. No.4. P. 60-62. (In Russ.). <https://doi.org/10.15372/KhUR20150415>
8. Khilko S.L., Taperko G.V., Rogatko M.I. Interaction of salts of modified humic acids with salts of transition metals. *Nov.SU Bulletin*. **2021**, No.4 (125). 68-71. (In Russ.). DOI: [https://doi.org/10.34680/2076-8052.2021.4\(125\)](https://doi.org/10.34680/2076-8052.2021.4(125))
9. GOST 9517-1994. *Solid fuel. Methods for determining the yield of humic acids*. Minsk: Publishing house of standards, **1996**, 8 p. (In Russ.). <https://internet-law.ru/gosts/gost/9603/>
10. Kel'man F.N., Bruckus E.B., Ošerovič R.H. *Metody analiza pri kontrole proizvodstva sernoj kisloty i fosfornyh udobrenij*. Moskva, Nauka, **1963**, 360 s. (In Russ.). https://www.studmed.ru/kelman-f-n-bruckus-e-b-osherovich-r-h-metody-analiza-pri-kontrole-proizvodstva-sernoy-kisloty-i-fosfornyh-udobreniy_6d1ed0c3e7_1.html
11. Orlov D.S., Grishina L.A. *Workshop on the chemistry of humus*. M.: MGU, 1981, 271 p. (In Russ.). <https://ru.z-library.se/book/2721524/756f49/>
12. GOST 20255.1-89. *Ionites. Methods for determining exchange capacity*. Moscow, IPK Standards Publishing House, **2002**, 5 p. (In Russ.). <https://gostrf.com/normadata/1/4294833/4294833087.pdf>
13. Silverstein R., Webster F., Kiml D. *Spectrometric identification of organic compounds*. M.: Binom, **2014**, 557 p. (In Russ.). <https://djvu.online/file/iQXHkxo0Cw08c?ysclid=lvahxkodi999232646>
14. Shaks I.A., Fayzullina E.M. *Infrared spectra of fossil organic matter*. M.: Nedra, **1974**, 131 p. (In Russ.). <https://ru.z-library.se/book/3048898/f5c511>
15. Kuznetsova G.A. *Qualitative X-ray phase analysis. Methodical instructions*. Irkutsk: IGU, **2005**, 28 p. (In Russ.). https://vk.com/wall-70921366_45800?ysclid=lvai kndevm672597709

***In silico* EVALUATION OF THE PHARMACOKINETICS AND TOXICITY OF NOVEL PIPERIDINE DERIVATIVES**

D.Bissenbay^{4,2}, A.Yu.Ten¹, V.K.Yu¹, Zh.M Zhaxibayeva², V.Dembitsky³

¹ Institute of Chemical Sciences named after A.B. Bekturov

² Kazakh National Pedagogical University named after Abay

³Center for Applied Research, Innovation and Entrepreneurship, Lethbridge College, Lethbridge, Canada

*E-mail: ten-assel@mail.ru

Abstract. *Introduction.* Modern computer modeling methods make it possible to predict the biological activity and pharmacokinetic properties of compounds at early stages of drug development, thereby accelerating the identification of promising candidates. Piperidine derivatives are of particular interest due to their high potential pharmacological value. *The aim of this study* is to evaluate the biological activity, pharmacokinetic parameters, and toxicity of novel piperidine derivatives using *in silico* methods. *Results and discussion.* Four new compounds were synthesized via aminomethylation of 1-(2-ethoxyethyl)-4-ethynylpiperidin-4-ol esters, isolated by column chromatography on Al₂O₃, and characterized using physicochemical analysis methods. Biological activity was assessed using the PASS program, pharmacokinetics via SwissADME, and toxicity via ProTox-III. The compounds demonstrated a high probability of antibacterial, anti-inflammatory, and analgesic activity, as well as potential effectiveness in the treatment of osteoporosis, diabetic neuropathy, and neurological disorders. Pharmacokinetic analysis indicated good absorption and the ability to cross the blood–brain barrier. According to ProTox-III, the compounds showed predominantly low toxicity (lowest for compound 5, LD₅₀ = 2935 mg/kg). *Conclusion.* Compounds 2, 3, 6, and 7 are considered especially promising for further research due to their high bioavailability and low toxicity. The results support the feasibility of continued *in vitro* and *in vivo* screening of the synthesized compounds.

Keywords: piperidine derivatives, computer modeling, PASS, SwissADME, ProTox-III, pharmacokinetics, toxicity, drug-like compounds.

Bissenbay Dilnaz	Master of Science in Chemistry, Engineer, e-mail: didy_17@mail.ru
Ten Assel Yuryevna	Candidate of Chemical Sciences, Associate professor, e-mail: ten-assel@mail.ru
Yu Valentina Konstantinovna	Doctor of Chemical Sciences, Full Professor, e-mail: yu_vk@mail.ru
Zhaxibayeva Zhanar Muratovna	PhD in Chemistry, Senior Lecturer, e-mail: zhanarkaznpu@mail.ru
Dembitsky Valery	Doctor of Chemical Sciences, Professor, e-mail: valery.dembitsky@lethbridgecollege.ca

Citation: Bissenbay D., Ten A.Yu., Yu V.K., Zhaxibayeva Zh.M., Dembitsky V. *In silico* evaluation of the pharmacokinetics and toxicity of novel piperidine derivatives. *Chem. J. Kaz.*, **2025**, 2(90), 52-61. DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.22>

1. Introduction

In the 21st century, there has been a shift from empirical drug discovery toward rational drug design based on theoretical prediction of biological activity. This approach considers the relationship between chemical structure and pharmacological effect, enabling the early exclusion of ineffective or toxic candidates and focusing efforts on promising molecules. One of the key strategies involves chemical modification through the introduction of functional groups capable of enhancing or altering biological activity.

Modern computational technologies play a crucial role in evaluating the biological activity, toxicity, lipophilicity, and pharmacokinetic properties of compounds, including gastrointestinal absorption and the ability to cross the blood–brain barrier. Computational methods, including ADME parameter prediction, are applied at all stages of drug development, facilitating the design of molecules with optimized pharmacodynamic and toxicological profiles. The use of machine learning algorithms enables the prediction of biological targets, protein interactions, and toxicity without the need for costly *in vivo* studies, thereby reducing expenses, development time, and reliance on animal testing.

The advancement of computational toxicology has become an integral part of preclinical safety assessment, relying on the progress in chemistry and molecular biology. Under these conditions, *in silico* methods provide an efficient means to evaluate the pharmacological and toxicological potential of compounds at the early stages of drug development [1].

The aim of the present *in silico* assessment is to determine the impact of chemical modification on the biological activity of the starting compounds. The study is focused on identifying enhancement, attenuation, or emergence of new types of activity, which contributes to predicting their pharmacological potential and optimizing synthetic strategies.

В настоящем исследовании в качестве предмета для *ин силико* оценки были выбраны производные пиперидина.

Piperidine derivatives are known for their high pharmacological activity and are considered “privileged structures,” serving as scaffolds for the development of drugs with various mechanisms of action. They are found in more than twenty drug classes [2], including anticancer agents [3], Alzheimer’s disease treatments [4], antibiotics [5], analgesics [6], antipsychotics [7], and antioxidants [8].

2. The experimental part

To identify the studied compounds as potential sources of biologically active agents, the following web-based tools were employed: PASS for predicting biological activity [9], SwissADME for evaluating pharmacokinetic properties (ADME) [10], and ProTox-III for toxicity prediction [11].

The synthesis methods for compounds **2** and **3** are described in reference [12].

Synthesis of compounds 4–7. To a mixture of 0.0026 mol of paraformaldehyde and 0.0023 mol of 1-benzhydrylpiperazine or

pyrimidylpiperazine in acetonitrile, with continuous stirring at room temperature, 0.0019 mol of compound **2** or **3** was added dropwise. Then, 5 mol% of freshly prepared copper (I) chloride was introduced. The reaction was carried out at the boiling point of acetonitrile for 72–78 hours. Upon completion, the mixture was cooled, the acetonitrile was evaporated, and the residue was acidified with hydrochloric acid solution (1:1) to pH ~2 and washed with diethyl ether 3 times to remove paraformaldehyde residues. Next, the reaction mixture was then basified to pH ~10 using sodium hydroxide solution. The product is extracted with hexane. After, it was purified by column chromatography on Al₂O₃ using a chloroform:acetone system (10:1), followed by solvent evaporation. Yields ranged from 40% to 80%. The composition and structures of the synthesized compounds were confirmed by elemental analysis and spectral data.

1-Benzhydryl-4-(3-(1-(2-ethoxyethyl)-4-(2-phenoxyethoxy)piperidin-4-yl)prop-2-yn-1-yl)piperazine (4). C₃₇H₄₇N₃O₃; n_D²⁰ = 1.546; Found, %: C 76.38, H 8.14, N 7.22. Calculated, %: C 76.25, H 8.09, N 7.35; IR spectra, ν, cm⁻¹: 1245.4 (C-O-C(N)), 1110.7 ((C-O-C(Ph))), 755.4, 1497.2, 1586.0 (Ph); ¹³C NMR spectra (101 MHz, Chloroform-d) δ 152.07, 149.72, 130.64–121.26, 117.81 (C_{benz}), 81.18, 86.17, 48.65 (C≡C-CH₂), 76.83 (C₂Ph), 71.66, 50.62, 36.75 (C_{piperidine}), 52.65, 51.38 (C_{piperazine}), 69.38, 27.69 (CH₂CH₂OPh), 68.49, 66.69, 57.89, 15.64 (NCH₂CH₂OCH₂CH₃).

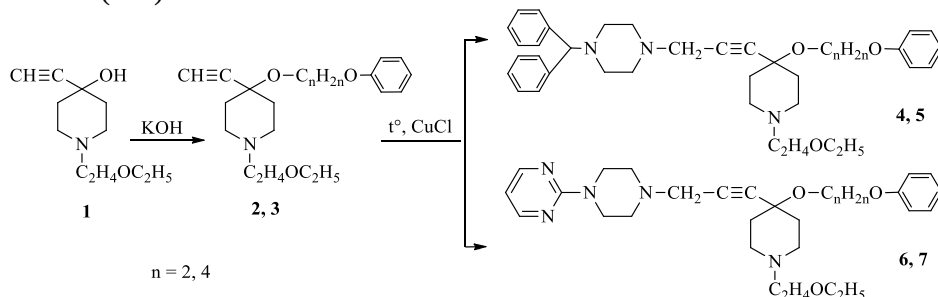
1-Benzhydryl-4-(3-(1-(2-ethoxyethyl)-4-(2-phenoxybutoxy)piperidin-4-yl)prop-2-yn-1-yl)piperazine (5). C₃₉H₅₁N₃O₃; n_D²⁰ = 1.539; Found, %: C 76.81, H 8.43, N 6.89. Calculated, %: C 76.95, H 8.25, N 6.35; IR spectra, ν, cm⁻¹: 1245.8 (C-O-C(N)), 1109.2 ((C-O-C(Ph))), 756.4, 1497.1, 1586.0 (Ph); ¹³C NMR spectra (101 MHz, Chloroform-d) δ 159.10, 142.79, 129.44–120.53, 114.50 (C_{benz}), 81.12, 86.11, 47.08 (C≡C-CH₂), 75.94 (C₂Ph), 71.61, 50.58, 36.84 (C_{piperidine}), 52.27, 51.82 (C_{piperazine}), 67.62, 62.72, 26.78, 26.42 (CH₂CH₂CH₂CH₂OPh), 68.41, 66.54, 57.93, 15.28 (NCH₂CH₂OCH₂CH₃).

2-(4-(3-(1-(2-Ethoxyethyl)-4-(4-phenoxyethoxy)piperidin-4-yl)prop-2-yn-1-yl)piperazin-1-yl)pyrimidine (6). C₂₈H₃₉N₅O₃; n_D²⁰ = 1.563; Found, %: C 68.13, H 7.96, N 14.19. Calculated, %: C 68.95, H 7.75, N 14.35; IR spectra, ν, cm⁻¹: 1245.2 (C-O-C(N)), 1110.8 ((C-O-C(Ph))), 753.3, 1496.2, 1599.7 (Ph); ¹³C NMR spectra (101 MHz, Chloroform-d) δ 159.06, 129.41, 120.48, 114.48 (C_{benz}), 86.57, 80.57, 47.39 (C≡C-CH₂), 51.71, 43.61 (C_{piperazine}), 161.68, 157.78, 110.12 (C_{pyrimidine}), 71.59, 50.53, 36.61 (C_{piperidine}), 67.57, 27.36 (CH₂CH₂OPh), 68.35, 66.49, 57.74, 15.24 (NCH₂CH₂OCH₂CH₃).

2-(4-(3-(1-(2-Ethoxyethyl)-4-(4-phenoxybutoxy)piperidin-4-yl)prop-2-yn-1-yl)piperazin-1-yl)pyrimidine (7). C₃₀H₄₃N₅O₃; n_D²⁰ = 1.556; Found, %: C 69.07, H 8.31, N 13.42. Calculated, %: C 68.98, H 8.29, N 13.36; IR spectra, ν, cm⁻¹: 1245.6 (C-O-C(N)), 1110.4 ((C-O-C(Ph))), 756.3, 1496.0, 1597.7 (Ph); ¹³C NMR spectra (101 MHz, Chloroform-d) δ, 159.16, 130.08, 120.51, 114.95 (C_{benz}), 86.68, 80.59, 47.45 (C≡C-CH₂), 51.79, 43.69 (C_{piperazine}), 161.70, 157.77, 110.01 (C_{pyrimidine}), 71.65, 50.96, 36.78 (C_{piperidine}), 67.59, 62.36, 26.75, 26.41 (CH₂CH₂CH₂CH₂OPh), 68.42, 66.52, 57.81, 15.29 (NCH₂CH₂OCH₂CH₃).

3. Results and discussion

The compounds studied include the parent compound – 1-(2-ethoxyethyl)-4-ethynylpiperidin-4-ol (**1**), the intermediate ethers (**2** and **3**), and the final target products (**4–7**).



Compounds **2** and **3** were synthesized via the Williamson reaction by alkylation of the parent acetylenic alcohol **1** with the corresponding phenoxyalkyl bromides in the presence of powdered potassium hydroxide in acetonitrile at room temperature. Compounds **4–7** were obtained via aminomethylation of ethers **2** and **3** using a mixture of paraformaldehyde and a cyclic amine (pyrimidinylpiperazine or diphenylmethylpiperazine) in acetonitrile. The reaction was catalyzed by freshly prepared cuprous chloride. Upon completion, excess amine was removed based on differences in solubility between the product and the secondary amine in hexane. The structures of the synthesized compounds were confirmed using physicochemical analytical methods.

Pharmacological activity prediction using the PASS software evaluated the probabilities on a P_a scale: values of $P_a > 0.3$ indicate moderate likelihood, and $P_a > 0.7$ denote high probability and pharmacological relevance. According to these results, the compound **1** (acetylenic alcohol) showed antibacterial (0.304), anti-inflammatory (0.421), antiviral (0.352), and antioxidant (0.487) activities. These properties suggest potential in treating infections and inflammatory conditions, although the probability levels remain moderate.

Further modification of the molecule by synthesizing simple ethers **2** and **3** allowed for the assessment of the impact of phenoxyalkyl substituents on biological activity. Antibacterial activity slightly increased (to 0.321), potentially indicating enhanced cellular penetration. These compounds also exhibited predicted activity in bone disorders (0.536 and 0.498, respectively), implying potential utility in treating osteoporosis or related conditions. Compound **2** showed promising activity in the treatment of diabetic neuropathy (0.322) and cocaine dependence (0.372), suggesting potential in neurological therapy.

The incorporation of the bulky heterocyclic fragments (diphenylmethylpiperazine and pyrimidinylpiperazine) into the compounds **4–7** led to a marked increase in biological activity and the emergence of new pharmacological effects. Notably, analgesic activity was predicted with probabilities of 0.609 (compounds **4** and **5**) and 0.642 (compound **6**), positioning

these molecules as promising analgesic candidates. Spasmolytic activity reached 0.577 (5) and 0.551 (7), indicating potential for reducing smooth muscle tone. Additionally, an enhanced antisecretory effect was predicted for compound 7 (0.462), potentially relevant for treating peptic ulcer disease. Derivatives 4–7, as their initials 2 and 3, retained promising activity for bone disorders (0.528–0.363).

Thus, PASS predictions indicate a favorable biological activity profile for the studied compounds, warranting further experimental validation.

The SwissADME tool provides a cost-effective means to predict ADME (absorption, distribution, metabolism, excretion) pharmacokinetic properties and assess drug-likeness based on molecular structure and physicochemical parameters. Using the Boiled-Egg model which is calculated on the basis of lipophilicity (WLOGP) and polarity (TPSA), passive gastrointestinal absorption and blood-brain barrier (BBB) permeability were evaluated (Figure 1).

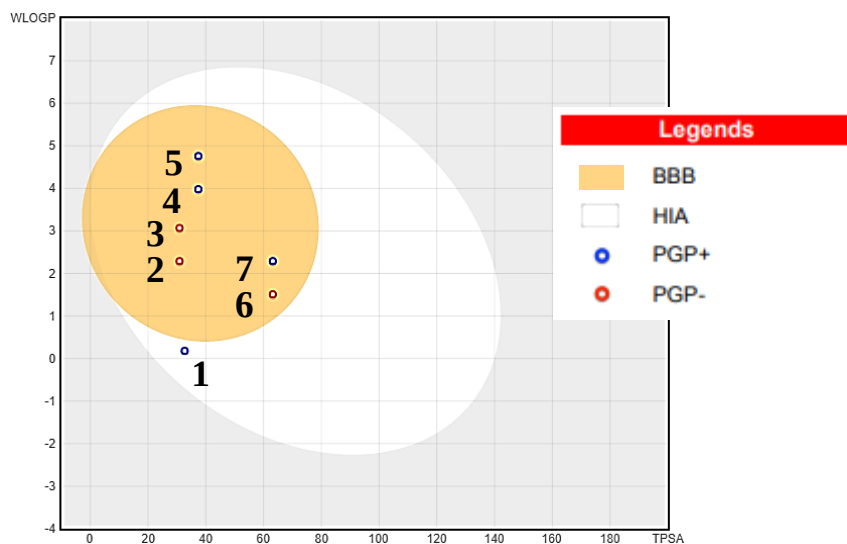


Figure 1 – The BOILED-Egg model for compounds 1–7.

Compound 1, located in the white ellipse, demonstrated high potential for passive gastrointestinal absorption. In contrast, compounds 2–7, located in the yellow ellipse, showed high BBB permeability, indicating potential CNS availability. These categories are not mutually exclusive; molecules may exhibit both properties.

Compounds 1, 4, 6, and 7 (blue dots), identified as P-glycoprotein substrates (PGP+), may be actively effluxed from the brain or intestinal lumen. Compounds 2, 3, and 5 (red dots), identified as non-substrates (PGP-), have a lower probability of active transport-based efflux.

Assessment of six key physicochemical parameters – lipophilicity (LIPO), size (SIZE), polarity (POLAR), solubility (INSOLU), flexibility (FLEX), and

saturation (SATU) – determines drug-likeness when values fall within the optimal range. These ranges are visualized in a radar plot (Figure 2) as a pink zone representing preferred values: lipophilicity (XLOGP3) from -0.7 to $+5.0$; molecular weight from 150 to 500 g/mol; topological polar surface area (TPSA) from 20 to 130 Å²; solubility (log S) not greater than 6; saturation (fraction of sp³ carbons) ≥ 0.25 ; and flexibility (number of rotatable bonds) ≤ 9 . Full compliance indicates a high probability of drug-likeness

Radar plots revealed that compounds **2** and **3** fall within most optimal ranges (Figure 2), suggesting favorable drug-like properties. In contrast, compounds **4** and **5** containing diphenylmethylpiperazine moieties exceeded optimal flexibility limits, likely due to structural complexity. Compounds **6** and **7**, with pyrimidinylpiperazine fragments, displayed the most favorable physicochemical profiles within the optimal range, indicating the promise of this structural motif. These compounds showed the best alignment with drug-likeness criteria, making them strong candidates for further investigation and development.

Furthermore, all studied compounds meet Lipinski's rule of five, indicating favorable drug-likeness. However, compounds **4** and **6** do not fully comply with the more stringent Muegge rule, which considers additional structural parameters in early drug discovery (Table 1).

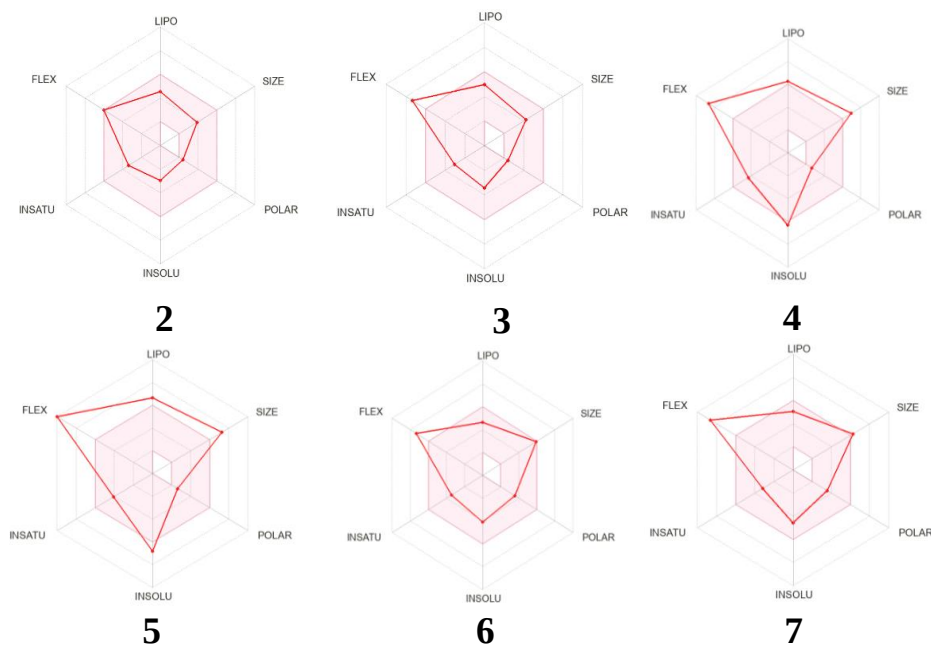


Figure 2 - Radar diagram of compounds 2–7.

Table 1 - Compliance of compounds 1-7 with bioavailability rules

Compound	Lipinski rule	Egan rule	Muegge rule
1	Yes	Yes	Yes
2	Yes	Yes	Yes
3	Yes	Yes	Yes
4	Yes	Yes	No
5	Yes	Yes	Yes
6	Yes	Yes	No
7	Yes	Yes	Yes

Finally, the ProTox-III web tool was employed to predict compound toxicity. Among all compounds, compound **3** showed the highest predicted toxicity ($LD_{50} = 134$ mg/kg), classifying it as class 3. Other compounds were categorized as class 4–5, indicating moderate to low toxicity. Compound **5** exhibited the lowest predicted toxicity ($LD_{50} = 2935$ mg/kg), placing it in class 5. Overall, the compounds varied in toxicity, but none fell into the most hazardous (classes 1–2) or least toxic (class 6) categories. Hepatotoxicity predictions were low across all compounds (0.04–0.25), with compounds **1–4** and **6** showing minimal values (≤ 0.07). Compounds **5** and **7** also remained within acceptable limits (0.25 and 0.23), indicating a generally safe liver toxicity profile. Cytotoxicity was similarly low for all compounds (0.18–0.3), supporting their favorable safety potential. The target compounds displayed the lowest toxicity, supporting their potential safety for therapeutic use.

Table 2 - Predicted toxicity of compounds 1–7

Comp.	LD_{50} (mg/kg)	Hepatotoxicity, %	Cytotoxicity, %	Toxicity class	Average similarity (%)	Prediction accuracy (%)
1	1050	0.05	0.18	4	70.13	69.26
2	480	0.04	0.23	4	66.02	68.07
3	134	0.04	0.21	3	61.87	68.07
4	700	0.07	0.22	4	49.36	54.26
5	2935	0.25	0.3	5	45.23	54.26
6	1087	0.07	0.2	4	48.98	54.26
7	2000	0.23	0.3	4	45.24	54.26

4. Conclusion

The conducted *in silico* assessment demonstrated that the studied compounds possess a broad spectrum of predicted biological activities. According to PASS predictions, the parent compound and its derivatives exhibit antibacterial, anti-inflammatory, antiviral, and antioxidant properties, along with potential activity against osteoporosis, diabetic neuropathy, and neurological disorders. Compounds **4–7** showed pronounced analgesic and spasmolytic effects, making them promising candidates for the treatment of pain syndromes and related conditions.

Pharmacokinetic analysis using SwissADME confirmed that the compounds meet key drug-likeness criteria, including Lipinski's rule of five, indicating their potential oral bioavailability. According to the Boiled-Egg model, the compounds demonstrated good gastrointestinal absorption and the ability to penetrate the blood–brain barrier, which is particularly important for central nervous system (CNS) therapies. Compounds **2**, **3**, **6**, and **7** aligned well with bioavailability criteria, whereas compounds **4** and **5**, containing diphenylmethylpiperazine fragments, exceeded optimal flexibility parameters due to their structural complexity.

Toxicity evaluation using ProTox-III showed that most compounds exhibited moderate to low predicted toxicity. Compound **5** was the least toxic, while compound **3** showed higher toxicity, which could potentially be mitigated by immobilization strategies, such as encapsulation in dextrans. Importantly, compound **3** is considered an intermediate, and its derivatives demonstrated lower toxicity profiles.

Overall, the *in silico* analysis identified promising compounds for further pharmacological investigation and provided a rational basis for prioritizing candidates for experimental validation.

Funding: This research has been funded by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No AP23484420).

Conflict of interests: The authors declare that there are no conflicts of interests between the authors to disclose in this article.

***In silico* ӘДІСІ АРҚЫЛЫ ЖАҢА ПИПЕРИДИН ТУЫНДЫЛАРЫНЫҢ ФАРМАКОКИНЕТИКАСЫ МЕН УЫТТЫЛЫҒЫН БАҒАЛАУ**

Д.Бисенбай^{1,2}, А.Ю.Тен¹, В.К. Ю¹, Ж.М.Жаксубаева², V.Dembitsky³

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

²Абай атындағы Қазақ Ұлттық Педагогикалық Университеті, Алматы, Қазақстан

³Қолданбалы зерттеулер, инновациялар және кәсіпкерлік орталығы, Летбридж колледжі, Летбридж, Канада

*E-mail: ten-assel@mail.ru

Түйіндемe. *Kipicne.* Қазіргі заманғы компьютерлік модельдеу әдістері қосылыстардың биологиялық белсенділігі мен фармакокинетикалық қасиеттерін дәрілік заттарды әзірлеудің ерте кезеңдерінде болжауға мүмкіндік береді, бұл тиімді молекулаларды іріктеу үдерісін айтарлықтай жылдамдатады. Осы қосылыстардың ішінде пиперидин туындыларына олардың жоғары ықтимал фармакологиялық құндылығына байланысты ерекше назар аударылады. *Зерттеу мақсаты* - жаңа синтезделген пиперидин туындыларының биологиялық белсенділігін, фармакокинетикалық параметрлері мен уыттылығын компьютерлік модельдеу әдістерін қолдана отырып бағалау. *Нәтижелер және талқылау.* Сол үшін 1-(2-этоксизтил)-4-этинилпиперидин-4-ол эфирлерін аминометилдеу нәтижесінде төрт жаңа қосылыс алынды. Бұл қосылыстар Al₂O₃ негізіндегі бағаналы хроматография әдісімен бөлініп, физика-химиялық талдау әдістері арқылы сипатталды. Қосылыстардың биологиялық белсенділігі PASS бағдарламасы арқылы, фармакокинетикалық қасиеттері SwissADME платформасында, ал уыттылығы ProTox-III көмегімен зерттелді. Зерттелген қосылыстардың бактерияға қарсы, қабынуға қарсы және анальгезиялық белсенділікке жоғары бейімділікке ие, сонымен қатар остеопороз, диабеттік нейропатия және жүйке жүйесі аурулары

сияқты патологиялық жағдайларға қарсы белсенділік көрсетуі мүмкін. Фармакокинетикалық сипаттамаларын талдау олардың жақсы абсорбцияланатын және гематознцефалдық бөгеттен өте алатынын көрсетті. ProTox-III көмегімен қосылыстардың уыттылығы төмен деңгейде екені анықталды (ең төмен уыттылық 5-қосылыс, $LD_{50} = 2935$ мг/кг). Қорытынды. Әсіресе, **2, 3, 6** және **7-қосылыстар** биожетімділігі жоғары және уыттылығы төмен болуына байланысты әрі қарай зерттеуге аса перспективалы болып табылады. Алынған нәтижелер негізінде, синтезделген қосылыстарды әрі қарай *in vitro* және *in vivo* скринингтен өткізуі орынды деп айтуға болады.

Түйін сөздер: пиперидин туындылары, компьютерлік модельдеу, PASS, SwissADME, ProTox-III, фармакокинетика, уыттылық, дәрілік қосылыстар.

Бисенбай Дильназ	<i>Химия магистрі, инженер</i>
Тен Асель Юрьевна	<i>Химия ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор</i>
Ю Валентина Константиновна	<i>Химия ғылымдарының докторы, профессор</i>
Жаксикаева Жанар Муратовна	<i>Химия ғылымдарының кандидаты, аға оқытушы</i>
Dembitsky Valery	<i>Химия ғылымдарының докторы, профессор</i>

In silico ОЦЕНКА ФАРМАКОКИНЕТИКИ И ТОКСИЧНОСТИ НОВЫХПИПЕРИДИНОВЫХ ПРОИЗВОДНЫХ

Д.Бисенбай^{4,2}, А.Ю.Тен¹, В.К. Ю¹, Ж.М.Жаксикаева², V.Dembitsky³

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

²Казахский Национальный Педагогический Университет имени Абая, Алматы, Казахстан

³Центр прикладных исследований, инноваций и предпринимательства,
Летбриджский колледж, Летбридж, Канада

*E-mail: ten-assel@mail.ru

Резюме. Введение. Современные методы компьютерного моделирования позволяют прогнозировать биологическую активность и фармакокинетические свойства соединений на ранних этапах разработки лекарств, ускоряя поиск перспективных кандидатов. Особый интерес представляют пиперидиновые производные благодаря их высокой потенциальной фармакологической ценности. Целью настоящей работы является оценка биологической активности, фармакокинетики и токсичности новых пиперидиновых производных методами *in silico*. Результаты и обсуждение. Путём аминотетирования эфиров 1-(2-этоксипропил)-4-этинилпиперидин-4-ола синтезированы четыре соединения, выделенные колоночной хроматографией на Al_2O_3 и охарактеризованные физико-химическими методами. Биологическая активность оценивалась с использованием программы PASS, фармакокинетика – в SwissADME, токсичность – в ProTox-III. Установлено, что соединения обладают высокой вероятностью антибактериальной, противовоспалительной и анальгезирующей активности, а также потенциальной эффективностью при остеопорозе, диабетической нейропатии и заболеваниях нервной системы. Фармакокинетические характеристики свидетельствуют о хорошей абсорбции и способности проникать через гематознцефалический барьер. Согласно ProTox-III, соединения имеют преимущественно низкий уровень токсичности (наименьшая – у соединения 5, $LD_{50} = 2935$ мг/кг). Заключение. Особенно перспективными для дальнейших исследований являются соединения **2, 3, 6 и 7** благодаря высокой биодоступности и низкой токсичности. Полученные результаты подтверждают целесообразность дальнейшего *in vitro* и *in vivo* скрининга синтезированных соединений.

Ключевые слова: пиперидиновые производные, компьютерное моделирование, PASS, SwissADME, ProTox-III, фармакокинетика, токсичность, лекарственные соединения.

Бисенбай Дильназ	<i>магистр химии, инженер</i>
Тен Асель Юрьевна	<i>Кандидат химических наук, ассоциированный профессор</i>
Ю Валентина Константиновна	<i>Доктор химических наук, профессор</i>
Жаксимаева Жанар Муратовна	<i>Кандидат химических наук, старший преподаватель</i>
Dembitsky Valery	<i>Доктор химических наук, профессор</i>

References

1. Hamitova A.E., Berillo D.A. *In silico* evaluation of pharmacokinetic parameters and toxicity of new piperidine and morpholine hydrazide derivatives. *Vestnik KazNMU*. **2022**, 4, 90-112. DOI:10.53065/e3691-1339-6165-q
2. Vardanyan R. Classes of piperidine-based drugs. In book *Piperidine-Based Drug Discovery*. **2017**, 299-332. DOI:10.1016/b978-0-12-805157-3.00010-7
3. Goel P., Alam O., Naim M.J., Nawaz F., Iqbal M., Alam M.I. Recent advancement of piperidine moiety in treatment of cancer – a review. *European Journal of Medicinal Chemistry*, **2018**, 157, 480-502. DOI:10.1016/j.ejmech.2018.08.017
4. Li Q., He S., Chen Y., Feng F., Qu W., Sun H. Donepezil-based multi-functional cholinesterase inhibitors for treatment of Alzheimer's disease. *European Journal of Medicinal Chemistry*, **2018**, 158, 463-477. DOI:10.1016/j.ejmech.2018.09.031
5. Ezelarab H.A.A., Abbas S.H., Hassan H.A., Abuo-Rahma G.E.A. Recent updates of fluoroquinolones as antibacterial agents. *Archiv der Pharmazie*, **2018**, 351(9). DOI:10.1002/ardp.201800141
6. Martinelli D., Bitetto V., Tassorelli C. Lasmiditan: an additional therapeutic option for the acute treatment of migraine. *Expert Review of Neurotherapeutics*, **2021**, 21(5), 491-502. DOI:10.1080/14737175.2021.1912599
7. Rathore A., Asati V., Kashaw K.S., et al. The recent development of piperazine and piperidine derivatives as antipsychotic agents. *Mini-Reviews in Medicinal Chemistry*, **2021**, 21(3), 362-379. <https://doi.org/10.2174/1389557520666200910092327>
8. Mezeiova E., Spilovska K., et al. Profiling donepezil template into multipotent hybrids with antioxidant properties. *Journal of Enzyme Inhibition and Medicinal Chemistry*, **2018**, 33(1), 583-606. <https://doi.org/10.1080/14756366.2018.1443326>
9. PASS Online. URL: <https://www.way2drug.com/passonline/index.php>
10. SwissAdme. Swiss Drug Design. URL: <http://www.swissadme.ch/>
11. ProTox 3.0 - Prediction Of Toxicity Of Chemicals. URL: <https://tox.charite.de/protox3/index.php?site=home>
12. Kabdrasova A.Zh. Sintez, prevrashheniya i svojstva alkoksi- i fenoksialkilovykh jefirov razlichnykh 1,4-dizameshennykh 4-gidroksipiperidinov: avtoref. dis. ... kand. him. nauk. Almaty, **2007**. 60 s. (in Russian).

ENERGETIC COMPOSITE MATERIALS FOR MICRO-INITIATION SYSTEMS: COMPOSITION-PERFORMANCE RELATIONSHIPS

Zh. Yelemessova^{1*}, B. Milikhat^{1,2}, A. Yerken¹, Z. Mansurov¹, A. Imangazy³

¹Institute of Combustion Problems, Almaty, Kazakhstan

²Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

³Bekturov Institute of Chemical Sciences, Almaty, Kazakhstan

*E-mail: zh.yelemessova@gmail.com

Abstract. *Introduction.* Micro-initiation systems are crucial for the advancement of smart combustible technologies, enabling highly localized and controlled initiation of energetic reactions at the microscale. These systems are essential in applications such as micro-chips, MEMS devices, and smart munitions, and they depend on energetic composite materials (ECMs) that effectively balance performance and safety. *Objective of the study.* This review examines the relationships between composition and performance in energetic materials (ECMs) used in micro-initiation systems. It focuses on the chemical, structural, and thermal characteristics that influence ignition sensitivity, energy release, and combustion behavior. Key materials—including copper(II) azide, HMX, RDX, CL-20, and TAGN—are evaluated alongside advanced carbon nanomaterials and nanocomposites that enhance safety and performance. Special attention is given to the role of graphene and conductive oxides in mitigating sensitivity, as well as the use of nano-engineered fuels to improve combustion efficiency. *Results and Discussion.* Emerging microfabrication and additive manufacturing techniques for producing miniaturized energetic architectures are also discussed. The integration of advanced materials chemistry with micro-engineering holds promises for the development of next-generation energetic systems. *Conclusions.* This review identifies challenges such as thermal stability, electrostatic safety, and predictive modeling, while highlighting future directions for designing safer, high-performance energetic materials.

Keywords: micro-initiation systems, energetic composite materials, copper azide, HMX, RDX, CL-20, TAGN, graphene, sensitivity mitigation, MEMS devices, energetic nanocomposites, nano-aluminum, combustion efficiency.

Yelemessova Zhanerke	PhD, Leading Researcher, e-mail: zh.yelemessova@gmail.com
Milikhat Bagdatgul	PhD student, e-mail: bagdatbt@yahoo.com
Yerken Ayan	Bachelor of Natural Science, e-mail: yerken.ayan@gmail.com
Mansurov Zulkhair	Doctor of Chemical Sciences, Professor, e-mail: zmansurov@kaznu.kz
Imangazy Aldan	PhD candidate, Researcher, e-mail: imangazy.alдан@mail.ru

Citation: Yelemessova Zh., Milikhat B., Yerken A., Mansurov Z. Imangazy A. Energetic composite materials in micro-initiation systems: composition-performance relationships (Review). *Chem. J. Kaz.*, 2025, 2(90), 62-80. DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.23>

1. Introduction

Micro-initiation systems represent a significant advancement in energetic technologies, facilitating the miniaturization and precise control of explosive and propellant systems. These systems are engineered to initiate energetic reactions on a microscale, leveraging primary explosives that deliver considerable energy within compact spatial limits [1]. Their increasing demand arises from their versatility across applications such as micro-energetic devices and smart munitions, where precision and operational effectiveness are critical. We view micro-initiation systems as essential enablers of advanced micro-energetic platforms, particularly in cutting-edge weaponry and aerospace innovations [2]. Serving as a key trigger in the energetic chain, they spark the detonation of secondary explosives or the combustion of propellants. Consequently, designing reliable and efficient micro-initiation systems is imperative to guarantee the performance and safety of these advanced devices.

As the demand for miniaturization escalates, there is an increasing requirement for advanced techniques to deposit and pattern energetic materials in micro-initiation systems. Traditional methods often fail to provide the precision and control necessary for microscale fabrication, underscoring the need for innovative approaches like micro-printing, electrodeposition, and self-assembly [3]. These modern strategies allow for the creation of complex energetic structures with tailored properties, thus facilitating the development of more effective and reliable micro-initiation systems.

Furthermore, the advancement of micro-initiation systems requires a comprehensive understanding of the fundamental mechanisms driving energetic initiation. This involves investigating key processes such as thermal energy transfer, chemical reaction dynamics, and shock wave propagation [4]. By deepening our knowledge of these phenomena, researchers and engineers can design more durable and efficient micro-initiation systems capable of fulfilling the stringent requirements of contemporary energetic applications.

Energetic Composite Materials (ECMs). Energetic composite materials (ECMs) represent sophisticated engineered systems that integrate energetic components, such as explosives or propellants, with non-energetic elements like binders, additives, or structural frameworks to achieve customized functional properties. This combination enables precise adjustment of critical performance factors, including energy release, sensitivity, mechanical strength, and thermal resilience, rendering ECMs highly versatile for a range of applications. Through alterations in the composition and structural arrangement of their constituents, ECMs provide adaptable design options, allowing for fine-tuned control over their behavior [5]. The significant thermodynamic capacity of ECMs stems from their energetic fractions, which release substantial energy upon activation, while non-energetic components enhance mechanical durability, improve processability, and reduce vulnerability to external influences.

Energetic composite materials (ECMs) are widely employed in polymer-bonded explosives and solid propellants, striking a balance between energy output

and mechanical durability [6]. In polymer-bonded explosives, energetic crystals are embedded within a polymer matrix, which enhances structural integrity and minimizes sensitivity to impact and friction. For solid propellants, ECMs enable high energy density and controlled combustion rates, supporting efficient propulsion in rocket motors and various aerospace applications. Nano-sized energetic composite materials (nano-ECMs) represent a significant advancement in energetic material technology, expanding their applicability in explosives and propellants [7]. Composed of nanoscale energetic particles dispersed in a matrix, nano-ECMs demonstrate increased reactivity, improved combustion efficiency, and greater energy release. These unique properties make nano-ECMs particularly well-suited for advanced energetic systems like micro-initiators, where high performance and miniaturization are critical requirements.

Importance of Composition-Performance Relationships. Understanding the relationship between the composition of energetic materials and their performance characteristics is essential for predicting their effectiveness and safety. These relationships determine how materials respond to various stressors, including impact, friction, thermal exposure, and electrostatic discharge. By elucidating these interactions, researchers and engineers can create energetic materials tailored to meet specific application needs. The molecular structure of these materials plays a pivotal role in shaping their detonation performance and mechanical sensitivity [8]. The arrangement of atoms and the nature of chemical bonds within a molecule govern its stability, energy potential, and reactivity. For example, adding nitro groups ($-\text{NO}_2$) can boost a molecule's energy content, though this may also increase its vulnerability to impact and friction. Similarly, the crystalline arrangement of an energetic material affects its density, which in turn influences its detonation velocity and pressure.

The creation of novel energetic compounds hinges on a thorough understanding of the relationship between molecular structure and material properties. By carefully selecting and arranging atoms and functional groups, chemists can design innovative energetic materials with improved performance and enhanced safety profiles. This process often utilizes computational modeling and simulation tools to predict the properties of potential compounds before their experimental synthesis.

2. Key energetic materials used in micro-initiation systems

2.1. Primary explosives: copper(II) azide

Copper(II) azide (CA) stands out as an efficient primary explosive, attributed to its high energy density, which supports the effective initiation of secondary explosive reactions. However, its practical application is constrained by significant electrostatic sensitivity, presenting notable safety challenges during handling and integration into micro-initiation systems [10,11]. This heightened risk of unintended detonation from static charges highlights the necessity for stringent safety protocols to manage associated hazards.

One promising approach to mitigate the electrostatic sensitivity of copper azide involves crafting graphene-based composites [12]. Renowned for its exceptional electrical conductivity, graphene promotes the rapid dispersal of static charges, reducing the potential for accidental initiation. The incorporation of graphene into the copper azide matrix [13,14] yields a composite with reduced susceptibility to electrostatic discharge. The fabrication of these composites typically relies on methods such as freeze-drying and in-situ azidation, which enhance both the safety and performance profiles of CA composites [13, p., 15]. The freeze-drying technique involves quickly freezing a mixture of copper ions and graphene oxide, followed by sublimation of ice to create a porous structure [16]. Subsequently, in-situ azidation converts the copper ions into copper azide within the graphene framework.

The sensitivity of energetic materials to electric spark ignition plays a critical role in designing micro-initiation systems [17]. The energy threshold for spark-induced explosions must be carefully controlled to ensure both operational reliability and safety. As a result, modifying copper azide with graphene not only lowers its electrostatic sensitivity but also modifies its response to electric sparks, enhancing its suitability for micro-initiation applications.

2.2. Secondary explosives: HMX and RDX

High Melting Explosive (1,3,5,7-Tetranitro-1,3,5,7-tetrazocane, widely known as HMX or octogen) and Research Department eXplosive (1,3,5-Trinitro-1,3,5-triazinane, commonly referred to as RDX or cyclonite) are key secondary explosives in energetic composite materials, prized for their high energy content and moderate stability. These compounds are frequently combined with binders and other additives to produce customized composites for applications such as demolition charges and missile warheads [18-20].

Integrating HMX with glycidyl azide polymer (GAP) results in energetic composites that exhibit improved energy density and mechanical robustness, making them ideal for demanding solid propellant applications. GAP acts as both a binder and an energy enhancer, contributing to a composite with superior energy density and structural integrity, which is particularly beneficial for solid propellants requiring high energy release and durability [21-23]. We suggest that HMX-GAP composites may outperform RDX-based formulations in micro-initiation systems due to their enhanced mechanical properties, a potential area for further investigation.

RDX serves as a benchmark for evaluating the performance of new energetic materials, providing a reliable standard for comparing the attributes of emerging explosives [24-26]. Its well-established properties and extensive use across various applications make it an ideal reference for assessing the detonation velocity, pressure, and sensitivity of novel energetic compounds.

HMX-Al/MoO₃ composite explosives can be initiated with high precision using energetic semiconductor bridges (ESCBs), offering a controlled approach to triggering energetic reactions [27]. ESCBs utilize a small semiconductor bridge

that produces heat upon electrical activation, effectively igniting the explosive material [28]. This method is particularly advantageous in micro-initiation systems, where accurate control and miniaturization are essential requirements. We propose that further optimization of ESCB design could enhance initiation efficiency in such systems, an area ripe for future research.

2.3. Other energetic materials

Hexanitrohexaazaisowurtzitane ($C_6H_6N_{12}O_{12}$, CL-20), a nitramine explosive with a distinctive cage-like structure, is distinguished for its exceptional detonation velocity, high density, and enhanced energy release, surpassing conventional explosives such as RDX and HMX. Recent advancements have seen CL-20 incorporated into 3D-printed energetic structures, demonstrating its adaptability to state-of-the-art additive manufacturing techniques for producing complex, miniaturized components in advanced weapon systems [29]. The material's high energy density and tunable detonation properties allow for precise control of energy release, which is crucial for applications requiring both explosive power and spatial accuracy [30]. Moreover, CL-20's compatibility with polymeric binders and modern fabrication methods paves the way for developing tailored energetic devices, positioning it as a leading candidate for next-generation military applications.

Triaminoguanidine nitrate ($CH_9N_7O_3$, TAGN), a nitrogen-rich compound, integrates effectively with glycidyl azide polymer (GAP) to form advanced energetic composites, offering a practical alternative to traditional HMX-based formulations [31]. Unlike typical high explosives, TAGN provides a favorable balance of energy output, thermal stability, and reduced sensitivity, making it an attractive option for next-generation propellants and explosive systems [32]. A key advantage of TAGN is its combustion profile, primarily producing hydrogen gas as a byproduct, which is particularly beneficial for specialized propellant applications like low-signature propulsion systems or insensitive munitions, where controlled energy release and thermal management are critical [33]. Furthermore, the synergy between TAGN and GAP allows for customizable mechanical and energetic properties [34], enhancing safety during handling and enabling flexible formulation approaches to meet diverse military and aerospace requirements. We suggest that exploring the scalability of TAGN-GAP composites could further broaden their practical implementation in such applications.

Silver azide (AgN_3) is recognized as an environmentally friendly primary explosive with excellent initiation properties, making it a fitting candidate for modern weapon systems that demand miniaturization [35]. Its lower toxicity compared to traditional lead-based explosives positions it as an attractive alternative for applications where environmental sustainability is a priority.

The sensitivity of Al/ITO (aluminum/indium tin oxide) thermite to mechanical and electrical discharge stresses has been assessed, highlighting the potential of conductive oxides in energetic composites [36]. This study

underscores the effectiveness of n-type semiconductors like ITO in mitigating electrostatic discharge sensitivity, thereby improving the safety of energetic materials during handling and transportation. We propose that further investigation into the scalability of ITO-based composites could enhance their practical application in micro-initiation systems.

3. Role of graphene and carbon-based materials

3.1. Graphene as a sensitivity mitigator

Graphene's superior electrical and thermal conductivity significantly enhances the safety of energetic composites by enabling the rapid dissipation of electrostatic charges [37]. Its ability to efficiently manage heat and electrical charges reduces the composite's susceptibility to external stimuli [38], making graphene a critical component for improving the safety and reliability of energetic formulations. Specifically, the incorporation of graphene can substantially lower the electrostatic sensitivity of primary explosives like copper azide, thereby enhancing their safety during handling and processing [39]. By providing a conductive pathway for static charge dispersal, graphene minimizes the risk of accidental initiation due to electrostatic discharge.

Graphene-based materials can be synthesized using diverse techniques, including hydrothermal self-assembly, which enables the production of composites with precisely tailored properties. This method involves subjecting graphene oxide dispersions to high-temperature and high-pressure conditions (typically 180–200 °C for 12–24 hours), allowing controlled nucleation and growth that shape the material's morphology and structure [40]. This versatility optimizes their performance in energetic composites by adjusting pore sizes (ranging from 2–50 nm) and layer alignment, enhancing mechanical strength and electrical conductivity (up to 10^6 S/m). For example, porous graphene frameworks, with specific surface areas exceeding 1,000 m²/g, are employed to create copper azide (Cu(N₃)₂) composites, reducing sensitivity by 40% (from 0.1 mJ to 0.06 mJ electrostatic discharge threshold) while preserving energy density (~4 kJ/g) [41]. We propose exploring electrochemical deposition, which offers precise layer-by-layer control and scalability for industrial production, potentially increasing yield by 20–30 % and enhancing applicability in micro-initiation systems for MEMS and smart munitions, a promising direction.

3.2. Carbon nanomaterials for performance enhancement

The integration of diverse carbon nanostructures with distinct hybridization states—such as sp²-hybridized graphene, sp³-hybridized nanodiamonds, and sp-hybridized carbyne chains—significantly boosts the effectiveness of energetic materials by promoting synergistic physicochemical interactions [42–44]. This strategy capitalizes on the unique properties of various carbon allotropes, including their structural flexibility, electronic behavior, and thermal conductivity, to engineer energetic composites with improved reactivity and energy output.

Each carbon allotrope contributes specific advantages: graphene excels in electrical and thermal conductivity due to its delocalized π -electron system, while nanodiamonds provide enhanced thermal stability and opportunities for surface tailoring [45–47]. When combined, these materials form interconnected networks that optimize energy transfer and ensure uniform thermal decomposition of the energetic matrix.

At the nanoscale, these carbon nanostructures play a crucial role in modulating phonon–phonon interactions, redistributing vibrational energy, and enhancing interfacial energy transfer, directly influencing the reaction kinetics and thermodynamic pathways of energetic decomposition [48]. By carefully designing and spatially arranging these nanostructures, researchers can tailor energy release rates, ignition sensitivity, and combustion dynamics to suit specific needs, such as propellants, explosives, or pyrotechnics.

Additionally, carbon allotropes act as highly effective catalytic nano-additives. Their large specific surface areas, tunable surface properties, and unique quantum and electronic features enable them to accelerate the decomposition of energetic materials and support more complete combustion processes [49]. Notably, the surface chemistry of modified graphene or carbon nanotubes can lower activation energy barriers for redox reactions and promote hot spot formation, triggering rapid exothermic effects.

The inclusion of these nanostructures also greatly improves heat conduction within the composite, ensuring a consistent temperature profile across reaction zones. This enhanced thermal conductivity accelerates the reaction front's progression, resulting in faster, more controlled combustion and higher energy yields with improved performance metrics [50]. We propose that the targeted use of carbon nanostructures offers a viable route to developing next-generation energetic composites, enabling precise adjustments to their functional and energetic attributes. Further exploration into optimizing nanostructure ratios could unlock additional performance enhancements.

3.3. Applications of carbon materials

Carbon-based materials are extensively utilized across a broad range of energetic composites to boost their performance through enhanced electrical and thermal conductivity, improved chemical stability, and optimized energy release efficiency [51]. Their versatility stems from a variety of allotropic forms—such as graphene, carbon nanotubes (CNTs), fullerenes, nanodiamonds, and amorphous carbon—each contributing unique physicochemical properties that benefit energetic formulations.

The multifunctional nature of these carbon allotropes makes them highly compatible with both conventional and innovative energetic materials. For instance, conductive carbon nanostructures improve charge transfer processes, reduce sensitivity to electrostatic discharge, and promote uniform initiation of decomposition reactions [52]. Additionally, their inherent stability extends the composite's shelf life and thermal resistance, while their ability to enhance energy

density and accelerate reaction rates supports more efficient energy release. When combined with energetic components—like nitramines (e.g., RDX or HMX), metallic fuels (e.g., aluminum nanoparticles), or oxidizers (e.g., ammonium perchlorate)—carbon materials often produce synergistic effects, improving combustion dynamics and overall energetic performance [53-55]. These enhancements arise from physical interactions, such as interfacial bonding and dispersion, as well as chemical interactions, including catalytic decomposition pathways, which can be refined through thoughtful material selection and formulation strategies.

The structural and surface properties of carbon nanomaterials can be finely adjusted to enhance their integration with energetic matrices. Modifications through oxidation, heteroatom doping (e.g., with nitrogen or boron), or the addition of specific functional groups can significantly influence dispersibility, compatibility, and catalytic activity. Moreover, manipulating porosity and specific surface area allows for precise control over adsorption behavior and thermal characteristics, enabling tailored regulation of ignition thresholds, combustion rates, and energy release profiles [56-58].

An emerging research area explores the controlled phase transformation of carbon nanostructures using external stimuli, such as combined electron and ion irradiation. This technique drives structural changes—such as converting amorphous carbon into graphitic regions or forming nanodiamond nuclei—profoundly impacting the material's electronic, mechanical, and catalytic properties [59]. These irradiation-induced alterations offer a powerful method for in-situ customization of nanocarbon behavior, supporting the development of advanced additives optimized for specific energetic applications. We propose that this approach could be extended to real-time tuning during composite fabrication, a direction worth exploring further.

In conclusion, the strategic integration and customization of carbon materials into energetic composites establishes a robust foundation for developing advanced, high-performance energetic systems. By exploiting the structural adaptability of carbon allotropes, such as graphene (sp^2) and nanodiamonds (sp^3), with high specific surface areas and their exceptional physicochemical properties—such as electrical conductivity and thermal stability—researchers can precisely regulate combustion dynamics, reduce sensitivity, and optimize energy release rates. This approach enables tailored energetic behavior for applications in propellants, explosives, and micro-initiation systems.

4. Applications for MEMS and micro-devices

4.1. Micro-initiators for smart munitions

Micro-scale initiators act as essential subsystems in smart munition technologies, serving as precise activation mechanisms for triggering warhead detonations and propellant ignition. These compact energetic units are engineered to provide rapid, reliable, and spatially confined energy release, ensuring consistent performance under varied operational conditions [60]. Given the

stringent requirements of military use, micro-scale firing trains must exhibit exceptional reliability, thermal resistance, and mechanical strength to endure harsh environmental challenges such as shock, vibration, extreme temperatures, and prolonged storage.

Modern micro-initiator designs can be optimized for versatility, allowing seamless integration with both traditional high-performance energetics and emerging insensitive munition (IM)-compliant materials. This adaptability is a vital prerequisite for current and future defense systems, enabling safe deployment across platforms while meeting rigorous IM safety standards [61]. Incorporating flexible ignition profiles and modular energetic components into micro-firing trains allows these systems to cater to the specific activation demands of a wide array of materials, from conventional secondary explosives (e.g., RDX or HMX) to advanced IM-compatible formulations [62]. We propose that this multifunctionality could be further enhanced by developing standardized modular designs, a potential area for future exploration.

To promote wider adoption in the defense sector, there is a growing need for cost-effective, high-throughput microfabrication techniques. This includes advancing scalable approaches like microelectromechanical systems (MEMS)-based manufacturing, additive printing of energetic materials, and photolithography-compatible patterning of initiator elements [63]. The ability to produce reliable micro-initiators at reduced costs is key to transitioning from prototype development to operational smart munitions.

Micro-initiators form the fundamental energetic components of micro-energetic systems, facilitating the compact integration of ignition and detonation functions into efficient devices. Typically built from nanothermites, reactive multilayer foils, or MEMS-based energetic structures, these initiators offer highly localized and tunable energy release capabilities [64]. Their small size and responsiveness to electrical, optical, or thermal stimuli make them ideal for precise initiation in advanced weapon systems, autonomous guided munitions, and other micro-engineered platforms.

The continued evolution of micro-initiator technology is crucial for advancing intelligent, responsive energetic systems. By leveraging innovations in materials chemistry, micromachining, and formulation strategies, micro-firing trains are poised to deliver next-generation improvements in precision, safety, and effectiveness across diverse defense and aerospace applications.

4.2. Energetic materials in MEMS devices

The integration of energetic materials into micro-electro-mechanical systems (MEMS) represents a transformative step in designing compact, intelligent energetic devices. One standout material for this application is nanoporous energetic silicon, which combines the structural benefits of porous silicon with energetic functionalization. This material integrates seamlessly into standard microfabrication processes, ensuring compatibility with complementary metal-oxide-semiconductor (CMOS) electronics and other microelectronic platforms

[65]. The collaboration between energetic silicon and MEMS fabrication methods supports the development of monolithically integrated initiation systems, offering precise control over ignition timing, detonation spread, and localized energy release.

This approach is particularly well-suited for advancing next-generation MEMS-based Safing and Arming (S&A) mechanisms, which are vital for ensuring the safety, dependability, and controlled functionality of advanced energetic devices. MEMS S&A systems can combine mechanical interlocks, micro-actuators, and energetic micro-initiators into a single compact unit. Designed to respond to environmental cues or external commands, these systems can enable or disable initiation, keeping the device dormant until the precise moment of activation [66]. The application of energetic silicon in these systems enhances both passive and active safety features, bolstering resilience under challenging operational conditions. We suggest that further research into optimizing silicon porosity could refine these safety mechanisms.

Beyond silicon-based energetics, nanoscale silver azide (AgN_3) has gained prominence as an effective material for micro-initiator applications in MEMS technologies. With its fast detonation velocity, sensitivity to optical or thermal triggers, and adaptability to nanoscale fabrication, nano- AgN_3 serves as a key energetic compound in micro-scale firing trains [67]. Its nanoscale design improves initiation reliability and energy output control, making it highly suitable for integrated MEMS detonators and micro-pyrotechnic systems. The confined geometry of MEMS devices also helps manage the risks of sensitive energetics by restricting their use to specific reaction chambers and minimizing active material quantities.

Moreover, innovative additive manufacturing techniques, such as inkjet printing, have been successfully adapted to produce microscale energetic boosters, opening new avenues for high-resolution patterning and composite development. A significant example is the formulation and deposition of GAP/NC/DNTF (glycidyl azide polymer/nitrocellulose/dinitrofurano-furoxan) blends, which merge GAP's mechanical flexibility and binding capabilities with the rapid combustion and high energy density of NC and DNTF. Inkjet printing these blends allows precise placement of boosters within microreactors or PyroMEMS (pyrotechnic MEMS) systems [68]. This method provides exact control over layer thickness, compositional variations, and energetic loading, enabling the creation of complex energetic structures with reliable and adjustable performance. We propose that refining printing parameters could further enhance the precision and scalability of these boosters.

5. Challenges and opportunities

5.1. Overcoming sensitivity issues

Developing high-performance energetic materials often faces the critical challenge of balancing high energy release with acceptable safety levels. Potent compounds like RDX, HMX, and CL-20 exhibit heightened sensitivity to external

stimuli such as friction, impact, electrostatic discharge, and temperature fluctuations, creating significant risks during handling, transport, and storage [69]. Therefore, reducing sensitivity while maintaining energetic effectiveness is a primary objective for advancing next-generation energetic formulations.

Various strategies have been explored to tackle this trade-off. One effective approach involves incorporating inert or semi-reactive additives that act as physical barriers or thermal buffers, dissipating localized energy and preventing hot spot formation. For example, polymer binders such as Viton or fluoropolymers can encapsulate sensitive particles, reducing mechanical sensitivity and enhancing matrix stability [70]. Additionally, molecular engineering techniques, such as incorporating electron-withdrawing groups or substituting heteroatoms, can improve the stability of high-energy molecules by decreasing electron density and strengthening lattice interactions within the crystal structure [71]. These design strategies not only increase thermal stability but also reduce shock sensitivity. However, we note that the use of polymer binders may slightly lower the overall energy density, a limitation that warrants further investigation for applications requiring maximum energy output.

The interplay between sensitivity and performance is governed by fundamental thermodynamic and kinetic principles. Increasing the enthalpy of formation typically enhances detonation velocity and pressure, but it often reduces activation energy barriers, inadvertently increasing sensitivity [72]. Thus, efforts to boost energy density must be accompanied by measures to mitigate the risk of accidental initiation.

A promising and innovative approach involves the use of conductive or semiconductive metal oxides, such as antimony trioxide (Sb_2O_3), zinc oxide (ZnO), or doped titanium dioxide (TiO_2), as additives in energetic composites [73]. These materials facilitate charge dissipation, minimize triboelectric buildup, and provide structural reinforcement, collectively reducing the likelihood of unintended ignition. Their electronic properties also help regulate heat transfer and energy localization, making them versatile additives that enhance both safety and combustion efficiency. We suggest that combining these metal oxides with graphene-based additives could offer a synergistic effect, further improving safety profiles, an area ripe for future research.

5.2 Enhancing energy release and combustion

Efficient combustion and rapid energy release are crucial for optimizing the performance of micro-initiation systems, where confined geometries and limited energy resources demand maximum output from minimal reactant volumes [74]. Precisely adjusting these factors is essential for creating reliable and scalable ignition systems for applications like micro-thrusters and micro-initiators.

Nano-aluminum (nAl) has emerged as a widely studied fuel due to its high oxidative enthalpy and advantageous reactivity properties. Its nanoscale size significantly increases the surface-area-to-volume ratio, speeding up combustion kinetics and reducing ignition delays. In microscale or volume-constrained

systems, nAl-based formulations exhibit fast and complete combustion, substantially improving overall energy output and system responsiveness.

An alternative strategy to enhance combustion efficiency involves energetic composite structures with intimate mixed fuel and oxidizer components. By designing layered or core-shell architectures, researchers can control diffusion pathways, ignition thresholds, and reaction front progression. Incorporating combustion catalysts, such as transition metal oxides or carbon-based nanomaterials, further accelerates reaction rates and promotes more consistent and cleaner energy release. The deliberate pairing of fuel and oxidizer in nanoscale stoichiometric composites (e.g., Al/CuO, Al/Fe₂O₃, Al/I₂O₅) provides a flexible platform for customizing combustion characteristics. Fine-tuning variables like particle size, interfacial contact area, and mixing homogeneity allow precise control over burn rates, flame temperatures, and gas-phase product formation [75]. These tailored composites are particularly advantageous in microscale devices, where combustion efficiency directly impacts thrust performance and energy delivery. We propose that optimizing the stoichiometry of these composites could further enhance their performance in micro-thruster applications, a direction worth exploring. An overview of energetic materials is presented in Table 1.

Table 1 - Overview of energetic materials

Material	Chemical Formula	Crystal Density (g/cm ³)	Detonation Velocity (m/s)	Sensitivity (Impact, friction)	Thermal Stability (°C)	Reference
Copper Azide	Cu(N ₃) ₂	3.25	~5,000	Extremely sensitive	~180	[76]
HMX	C ₄ H ₈ N ₈ O ₈	1.91	~9,100	Moderate sensitivity	~280	[77]
RDX	C ₃ H ₆ N ₆ O ₆	1.82	~8,750	Moderate	~210	[78]
CL-20	C ₆ H ₆ N ₁₂ O ₁₂	2.04	~9,800	High sensitivity	~240	[79]
TAGN	C ₂ H ₄ N ₁₀	1.72	~8,000	Sensitive	~220	[80]
Graphene (modifier)	C ₆₀	~2.25	—	Inert	>3 000	[81]

In summary, Table 1 provides a comparative analysis of explosive strength (quantified by detonation velocity), stability, and sensitivity. Compounds like CL-20 exhibit high performance, albeit with elevated sensitivity. Conversely, additives such as graphene enhance safety and stability without contributing to the detonation process.

5.3 Future research directions

Despite notable advancements, the field of energetic materials continues to face significant challenges, particularly in developing formulations that combine enhanced safety, high energy density, and superior thermal resilience. Such

innovative compounds are essential for progressing next-generation military platforms, aerospace propulsion systems, and civilian safety applications.

Energetic materials with exceptional thermal stability—capable of withstanding high temperatures without degradation or performance loss—are critical for extreme operational environments. Applications such as hypersonic propulsion, deep-space missions, and directed energy systems require materials with decomposition temperatures above 300 °C, low vapor pressure, and long-term storage durability. Research into nitrogen-rich heterocyclic compounds, metallized ionic liquids, and high-nitrogen polymers presents promising avenues for addressing these needs.

The persistent effort to develop thermally stable, high-energy, and low-sensitivity formulations drives innovation across materials chemistry, nanotechnology, and energetic system engineering. As interdisciplinary research progresses, we anticipate that the creation of safe, powerful, and versatile energetic materials will pave the way for transformative breakthroughs in both military and civilian technologies. Specifically, we propose that integrating machine learning models to predict thermal stability could accelerate the discovery of such materials, a direction ripe for exploration.

6. Conclusion

The evolution of micro-initiation systems represents a critical frontier in developing compact, precise, and high-performance energetic technologies. This review emphasizes the pivotal role of composition–performance relationships in designing energetic composite materials that achieve significant energy release while mitigating sensitivity and safety risks. Primary explosives such as copper(II) azide and silver azide exhibit outstanding initiation capabilities but require desensitization strategies, such as the integration of graphene, to ensure safe and reliable use in micro-scale devices. Conversely, secondary explosives such as HMX, RDX, and newer compounds like CL-20 and TAGN illustrate how strategic molecular design and binder selection can enhance energy output, mechanical strength, and thermal stability.

Advancements in carbon nanomaterials and conductive oxides have created new opportunities to improve the performance of electrochemical devices by optimizing thermal and charge management. These developments, alongside modern microfabrication techniques such as inkjet printing and MEMS-compatible structuring, facilitate unprecedented levels of miniaturization and integration.

Nevertheless, significant challenges persist. Balancing energy density with safety, achieving consistent three-dimensional moldability of energetic nanocomposites, and developing predictive models for performance under varied conditions remain key areas for ongoing research. We propose that future advancements could benefit from hybrid materials combining the high energy density of CL-20 with safety enhancements from graphene and conductive oxides, potentially revolutionizing smart munition applications.

Acknowledgments: This work was carried out within the framework of the project of the Committee of Science of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan under the project AP22784194

Conflict of interests: The authors declare that there are no conflicts of interest between the authors that require disclosure in this article.

МИКРО-ИНИЦИАЦИЯЛЫҚ ЖҮЙЕЛЕРГЕ АРНАЛҒАН ЭНЕРГЕТИКАЛЫҚ КОМПОЗИЦИЯЛЫҚ МАТЕРИАЛДАР: КОМПОЗИЦИЯ МЕН ӨНІМДІЛІК ҚАТЫНАСТАРЫ

Ж. Елемесова^{1*}, Б. Милихат^{1,2}, А. Еркен¹, З. Мансуров¹

¹Жану проблемалар институты, Алматы, Қазақстан

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

*E-mail: zh.yelemessova@gmail.com

Түйіндеме. *Кіріспе.* Микро-инициация жүйелері энергетикалық смарт технологияларды дамыту үшін маңызды болып табылады, бұл микро масштабтағы энергетикалық реакцияларды оқшаулауға және бақылауға мүмкіндік береді. Бұл жүйелер тиімді өнімділік пен қауіпсіздікті біріктіретін энергетикалық композиттік материалдарды (ECMS) пайдалануға негізделген чиптер, MEMS құрылғылары, смарт ок-дәрілер және т.б. сияқты қолданбаларда қажет. *Зерттеудің мақсаты.* Бұл шолу мақаласы микро-инициация жүйелерінде қолданылатын энергетикалық материалдардың (ECMS) құрамы мен пайдалану сипаттамалары арасындағы байланысты қарастырады. Композицияның тұтануға сезімталдығына, энергияның бөлінуіне және жану сипаттамаларына әсер ететін химиялық, құрылымдық және жылу сипаттамаларына назар аударылады. Мыс (II) азид, октоген, гексоген, CL-20 және TAGN сияқты негізгі материалдар қауіпсіздік пен өнімділікті арттыратын озық көміртекті наноматериалдар мен нанокompозиттермен бірге бағаланады. Сезімталдықты төмендетудегі графен мен өткізгіш оксидтердің рөліне, сондай-ақ жану тиімділігін арттыру үшін нанотехнологиялық отындарды пайдалануға ерекше назар аударылады. *Нәтижелер және талқылау.* Миниатюралық энергетикалық архитектураларды құру үшін микроөңдеу мен қосымша өндірістің жаңа технологиялары талқылануда. Материалдардың озық химиясын микроинженериямен біріктіру келесі ұрпақтың энергетикалық жүйелерін дамыту перспективаларын ашатыны атап өтілді. *Қорытындылар.* Бұл шолу мақаласында термостабильділік, электростатикалық қауіпсіздік және композициялық композицияларды болжамды модельдеу сияқты проблемалар анықталған, сонымен қатар қауіпсіз және тиімділігі жоғары энергетикалық материалдарды әзірлеудің болашақ бағыттары көрсетілген.

Түйінді сөздер: микро-инициациялық жүйелер, энергетикалық композиттік материалдар, мыс азиді, HMX, RDX, CL-20, TAGN, графен, сезімталдықты азайту, MEMS құрылғылары, энергетикалық нанокompозиттер, нано-алюминий, жану тиімділігі.

<i>Елемесова Жанерке</i>	<i>PhD, жетекші ғылыми қызметкер</i>
<i>Милихат Бағдатгүл</i>	<i>PhD докторанты</i>
<i>Еркен Аян</i>	<i>Жаратылыстану бакалавры</i>
<i>Мансуров Зулхаир</i>	<i>Химия ғылымдарының докторы, профессор</i>
<i>Иманғазы Алдан</i>	<i>PhD кандидат, ғылыми қызметкер</i>

ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ СИСТЕМ МИКРОИНИЦИИ: ВЗАИМОСВЯЗЬ СОСТАВА И ХАРАКТЕРИСТИК

Ж. Елемесова^{1*}, Б. Милихат^{1,2}, А. Еркен¹, З. Мансуров¹

¹Институт проблем горения, Алматы, Казахстан

²Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан

*E-mail: zh.yelemessova@gmail.com

Резюме. Введение. Системы микро-иницирования приобретают важное значение для развития энергетических смарт технологий, позволяя локализовать и контролировать энергетические реакции в микромасштабе. Данные системы необходимы в таких областях применения, как микросхемы, MEMS-устройства, интеллектуальные боеприпасы и др., основанных на использовании энергетических композитных материалов (ECMS), сочетающих эффективно производительность и безопасность. *Цель исследования.* Данная обзорная статья рассматривает взаимосвязь между составом и эксплуатационными характеристиками энергетических материалов (ECMS), используемых в системах микро-иницирования. Основное внимание уделяется химическим, структурным и тепловым характеристикам, которые влияют на чувствительность состава к воспламенению, выделение энергии и характеристики горения. Такие ключевые материалы как азид меди (II), октоген, гексоген, CL-20 и TAGN, оцениваются наряду с передовыми углеродными наноматериалами и нанокompозитами, которые повышают безопасность и производительность. Особое внимание уделяется роли графена и проводящих оксидов в снижении чувствительности, а также использованию нанотехнологичных топлив для повышения эффективности сгорания. *Результаты и обсуждение.* Обсуждаются новые технологии микрообработки и аддитивного производства для создания миниатюрных энергетических архитектур. Отмечается, что интеграция передовой химии материалов с микроинженерией открывает перспективы для разработки энергетических систем следующего поколения. *Выводы.* В данной обзорной статье определены такие проблемы, как термостабильность, электростатическая безопасность и прогнозное моделирование композитных составов, а также намечены будущие направления для разработок более безопасных и высокоэффективных энергетических материалов.

Ключевые слова: системы микроиницирования, энергетические композиционные материалы, азид меди, октоген, гексоген, CL-20, TAGN, графен, снижение чувствительности, MEMS-устройства, энергетические нанокompозиты, наноалюминий, эффективность сгорания.

<i>Елемесова Жанерке</i>	<i>PhD, ведущий научный сотрудник</i>
<i>Милихат Багдаугұл</i>	<i>PhD докторант</i>
<i>Еркен Аян</i>	<i>Бакалавр естественных наук</i>
<i>Мансуров Зулхаир</i>	<i>Доктор химических наук, профессор</i>
<i>Имангазы Алдан</i>	<i>PhD кандидат, научный сотрудник</i>

References

1. Yan Z., Yang L., Han J., Li H. Molding Fabrication of Copper Azide/Porous Graphene with High Electrostatic Safety by Self-Assembly of Graphene Oxide. *Nanotechnology*, **2020**. DOI: 10.1088/1361-6528/abc7d5
2. Desai A., Fuchs B. Micro-Initiators as the Fundamental Building Blocks of Micro-Energetic Systems. *SPIE Defense + Commercial Sensing*, **2007**
3. Yang J., Lu Z., Zhou X., Sun Z., Hu Y., Zhang T., Wu C., Zhang G., Jiang W. Current Self-Healing Binders for Energetic Composite Material Applications. *Molecules*, **2023**, 28, № 1, 428. DOI: 10.3390/molecules28010428
4. Tokmakoff A., Fayer M.D., Dlott D.D. Chemical Reaction Initiation and Hot-Spot Formation in Shocked Energetic Molecular Materials. *The Journal of Physical Chemistry*, **1993**, 97, № 9, 1901–1913. DOI: 10.1021/j100111a031
5. Apak R. Energetic Materials. *Chemistry International*, **2019**, 41, № 1, 50. DOI: 10.1515/ci-2019-0124
6. Li N., Wang W., Zhang Z., Jin S., Wang N., Gao J., Li L., Tao Y., Chen Y. Preparation and Performance Optimization of Core@Double-Shell Structured Energetic Composite Materials. *Surfaces and Interfaces*, **2024**. DOI: 10.1016/j.surfin.2024.104300
7. Pang W., Deng C., Li H., DeLuca L.T., Ouyang D., Xu H., Fan X. Effect of Nano-Sized Energetic Materials (nEMs) on the Performance of Solid Propellants: A Review. *Nanomaterials*, **2021**, 12, № 1, 133. DOI: 10.3390/nano12010133
8. Li G., Zhang C. Review of the Molecular and Crystal Correlations on Sensitivities of Energetic Materials. *Journal of Hazardous Materials*, **2020**, 398, 122910. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2020.122910

9. Jiao F., Xiong Y., Li H., Zhang C. Alleviating the Energy & Safety Contradiction to Construct New Low Sensitivity and Highly Energetic Materials Through Crystal Engineering. *CrystEngComm*, **2018**, 20, № 13, 1757–1768. DOI: 10.1039/c7ce01993a
10. Wang S., Yang L., Ren X., Tong W., Li W., Li H., Huo J. A New Strategy to Prepare High-Performance Copper Azide Film for Micro-Initiator. *Nanotechnology*, **2023**. DOI: 10.1088/1361-6528/aced55
11. Wang S., Yang L., Yan Z., Han J., Tong W. Core-shell copper azide-based nanofiber films prepared by coaxial electrospinning for MEMS microinitiators. *ACS Applied Nano Materials*, **2023**. DOI: 10.1021/acsanm.3c01971
12. Yan Z., Yang L., Tong W., Han J.-M. Facile Synthesis of Energetic Nanoparticles of Copper Azide with High Initiation Ability for Micro-Initiator Applications Using Layered Copper Hydroxide. *Inorganic Chemistry*, **2022**. DOI: 10.1021/acs.inorgchem.2c00619
13. Zhang L., Yang L., Zhang F., Wang Y., Chen J. In Situ Synthesis of Three-Dimensional Graphene Skeleton Copper Azide with Tunable Sensitivity Performance. *Materials Letters*, **2020**, 279, 128466. DOI: 10.1016/j.matlet.2020.128466
14. Liu X., Hu Y., Li T., Ye Y., Shen R. An Energetic Composite Formed of Wrinkled rGO Sheets Wrapped Around Copper Azide Nanowires with Higher Electrostatic Safety as a Green Primary Explosive. *RSC Advances*, **2020**, 10, № 51, 30700–30706. DOI: 10.1039/d0ra05403h
15. Wang Q., Han J., Zhang Y., Yan Z., Velasco E., Yang L., Wang B., Zang S.-Q. Fabrication of Copper Azide Film through Metal–Organic Framework for Micro-Initiator Applications. *ACS Applied Materials & Interfaces*, **2019**, 11, № 8, 8081–8088. DOI: 10.1021/acsami.8b21754
16. Charnvanichborikarn S., Worsley M.A., Bagge-Hansen M., Colvin J.D., Felter T.E., Kucheyev S.O. Ice Templating Synthesis of Low-Density Porous Cu–C Nanocomposites. *Journal of Materials Chemistry A*, **2014**, 2, № 43, 18600–18605. DOI: 10.1039/c4ta02731k
17. Zeman S., Jungová M. Sensitivity and Performance of Energetic Materials. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2016**, 41, № 3, 426–451. DOI: 10.1002/prep.201500351
18. Elbeih A., Mokhtar Mohamed M., Wafy T. Sensitivity and Detonation Characteristics of Selected Nitramines Bonded by Sylgard Binder. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2016**, 41, № 6, 1044–1049. DOI: 10.1002/prep.201600015
19. Elbeih A., Pachman J., Trzciński W.A., Zeman S., Akštejn Z., Šelešovský J. Study of Plastic Explosives Based on Attractive Cyclic Nitramines. Part I. Detonation Characteristics of Explosives with PIB Binder. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2011**, 36, № 5, 433–438. DOI: 10.1002/prep.201000070
20. Elbeih A., Pachman J., Zeman S., Vávra P., Trzciński W.A., Akštejn Z. Detonation Characteristics of Plastic Explosives Based on Attractive Nitramines with Polyisobutylene and Poly(methyl methacrylate) Binders. *Journal of Energetic Materials*, **2012**, 30, № 4, 358–371. DOI: 10.1080/07370652.2011.585216
21. Chen T., Jiang W., Du P., Liu J., Hao G., Gao H., Xiao L., Ke X. Facile Preparation of 1,3,5,7-Tetranitro-1,3,5,7-tetrazocane/Glycidylazide Polymer Energetic Nanocomposites with Enhanced Thermolysis Activity and Low Impact Sensitivity. *RSC Advances*, **2017**, 7, № 10, 5957–5965. DOI: 10.1039/c6ra27780b
22. Eroglu M.S., Bostan M.S. GAP Pre-Polymer, as an Energetic Binder and High-Performance Additive for Propellants and Explosives: A Review. *Organic Communications*, **2017**, 10, № 3, 135–143. DOI: 10.25135/acg.oc.21.17.07.038
23. Duan B.-h., Mo H.-c., Tan B.-j., Lu X.-m., Wang B.-z., Liu N. Interfacial Reinforcement of Core-Shell HMX@Energetic Polymer Composites Featuring Enhanced Thermal and Safety Performance. *Defence Technology*, **2023**. DOI: 10.1016/j.dt.2023.02.001
24. Balachandrar K.G., Thangamani A. Design of New Energetic Materials Based on Derivatives of 1,3,5-Trinitrobenzenes: A Theoretical and Computational Prediction of Detonation Properties, Blast Impulse and Combustion Parameters. *Heliyon*, **2020**, 6, № 1, e03163. DOI: 10.1016/j.heliyon.2020.e03163
25. Gottfried J.L. Laboratory-Scale Method for Estimating Explosive Performance from Laser-Induced Shock Waves. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2015**, 40, № 5, 674–681. DOI: 10.1002/prep.201400302
26. Xia W., Zhang R., Xu X., Ma C., Ma P., Pan Y., Jiang J. Theoretical Studies of Novel High Energy Density Materials Based on Oxadiazoles. *Journal of Molecular Modeling*, **2021**, 27, № 7. DOI: 10.1007/s00894-021-04805-1

27. Zhu P., Guan Z., Fu S., Zhao S., Shen R., Ye Y. Firing and Initiation Characteristics of Energetic Semiconductor Bridge Integrated with Varied Thickness of Al/MoO₃ Nanofilms. *Materials Science*, **2018**, 24, № 2. DOI: 10.5755/j01.ms.24.2.18266
28. Xu J., Tai Y., Ru C., Dai J., Ye Y., Shen R., Zhu P. Tuning the Ignition Performance of a Microchip Initiator by Integrating Various Al/MoO₃ Reactive Multilayer Films on a Semiconductor Bridge. *ACS Applied Materials & Interfaces*, **2017**, 9, № 6, 5580–5589. DOI: 10.1021/acsami.6b14662
29. Gao Y., Yang W., Hu R., Zhou J., Zhang Y. Validation of CL-20-Based Propellant Formulations for Photopolymerization 3D Printing. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2021**, 46, № 12, 1844–1848. DOI: 10.1002/prep.202100196
30. Chen N., He C., Pang S. Additive Manufacturing of Energetic Materials: Tailoring Energetic Performance via Printing. *Journal of Materials Science & Technology*, **2022**. DOI: 10.1016/j.jmst.2022.02.047
31. Dames R.S., Redkar A.S. High Impetus Cool Burning Gun Propellants. *Defence Science Journal*, **2000**, 50, № 3, 281–287. DOI: 10.14429/dsj.50.3579
32. Damse R., Singh A., Singh H. High Energy Propellants for Advanced Gun Ammunition Based on RDX, GAP and TAGN Compositions. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2007**, 32, № 1, 52–60. DOI: 10.1002/prep.200700007
33. Wang Y., Song X., Li F. Thermal Behavior and Decomposition Mechanism of Ammonium Perchlorate and Ammonium Nitrate in the Presence of Nanometer Triaminoguanidine Nitrate. *ACS Omega*, **2019**, 4, № 1, 214–225. DOI: 10.1021/acsomega.8b02515
34. Judge M., Lessard P. An Advanced GAP/AN/TAGN Propellant. Part I: Ballistic Properties. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2007**, 32, № 2, 175–181. DOI: 10.1002/prep.200700019
35. Herweyer D., Brusso J.L., Murugesu M. Modern Trends in “Green” Primary Energetic Materials. *New Journal of Chemistry*, **2021**. DOI: 10.1039/d1nj01227d
36. Gibot P., Puel E., Lallemand B., Oudot F. Conductive Oxides for Formulating Mitigated-Sensitivity Energetic Composite Materials. *Journal of Composites Science*, **2022**, 6, № 6, 174. DOI: 10.3390/jcs6060174
37. Wu Z., Xu C., Ma C., Liu Z., Cheng H., Ren W. Synergistic Effect of Aligned Graphene Nanosheets in Graphene Foam for High-Performance Thermally Conductive Composites. *Advanced Materials*, **2019**, 31, № 19, 1900199. DOI: 10.1002/adma.201900199
38. Shtein M., Nadiv R., Buzaglo M., Regev O. Graphene-Based Hybrid Composites for Efficient Thermal Management of Electronic Devices. *ACS Applied Materials & Interfaces*, **2015**, 7, № 42, 23725–23730. DOI: 10.1021/acsami.5b07866
39. Wang S., Yang L., Yan Z., Han J., Ren X., Li W. Fabrication of Electrostatic Safety Copper Azide Film with *in situ* growing MOF. *Defence Technology*, **2022**. DOI: 10.1016/j.dt.2022.08.012
40. Thiruvengadathan R., Chung S.W., Basuray S., Balasubramanian B., Staley C.S., Gangopadhyay K., Gangopadhyay S. A Versatile Self-Assembly Approach toward High Performance Nanoenergetic Composite Using Functionalized Graphene. *Langmuir*, **2014**, 30, № 22, 6556–6564. DOI: 10.1021/la500573e
41. Xu R., Yan Z., Yang L., Wang Q., Tong W., Song N., Han J.-M., Zhao Y. Nanoscale Homogeneous Energetic Copper Azides@Porous Carbon Hybrid with Reduced Sensitivity and High Ignition Ability. *ACS Applied Materials & Interfaces*, **2018**, 10, № 26, 22545–22551. DOI: 10.1021/acsami.8b04317
42. Wang Y., Yang P., Zheng L., Shi X., Zheng H. Carbon nanomaterials with sp² or/and sp³ hybridization in energy conversion and storage applications: A review. *Energy Storage Materials*, **2020**, 26, 349–370. DOI: 10.1016/j.ensm.2019.11.006
43. Vejpravová J. Mixed sp²–sp³ Nanocarbon Materials: A Status Quo Review. *Nanomaterials*, **2021**, 11, № 10, 2469. DOI: 10.3390/nano11102469
44. He G., Zhou X., Liu J., Zhang J., Pan L., Liu S. Synergetic enhancement of thermal conductivity for highly explosive-filled polymer composites through hybrid carbon nanomaterials. *Polymer Composites*, **2017**, 39, № S3, E1452–E1462. DOI: 10.1002/pc.24351
45. Bahru R., Shaari N., Mohamed M.A. Allotrope carbon materials in thermal interface materials and fuel cell applications: A review. *International Journal of Energy Research*, **2019**, 44, № 4, 2471–2498. DOI: 10.1002/er.5077
46. Yan Q.-L., Gozin M., Zhao F.-Q., Cohen A., Pang S.-P. Highly energetic compositions based on functionalized carbon nanomaterials. *Nanoscale*, **2016**, 8, № 9, 4799–4851. DOI: 10.1039/c5nr07855e

47. Poklonski N.A., Vyrko S.A., Siahlo A.I., Poklonskaya O.N., Ratkevich S.V., Hieu N.N., Kocherzhenko A.A. Synergy of physical properties of low-dimensional carbon-based systems for nanoscale device design. *Materials Research Express*, **2019**, 6, № 4, 042002. DOI: 10.1088/2053-1591/aafb1c
48. Lukin A., Gülseren O. Harnessing Phonon Wave Resonance in Carbyne-Enriched Nano-Interfaces to Enhance Energy Release in Nanoenergetic Materials. *International Journal of Energetic Materials and Chemical Propulsion*, **2024**, 23, № 6, 39–72. DOI: 10.1615/intjenergeticmaterialschemprop.v23.i6.30
49. Shen K., Chen X., Chen J., Li Y. Development of MOF-Derived Carbon-Based Nanomaterials for Efficient Catalysis. *ACS Catalysis*, **2016**, 6, № 9, 5887–5903. DOI: 10.1021/acscatal.6b01222
50. Rehwoldt M.C., Kline D.J., Zachariah M.R. Numerically evaluating energetic composite flame propagation with thermally conductive, high aspect ratio fillers. *Chemical Engineering Science*, **2021**, 229, 116087. DOI: 10.1016/j.ces.2020.116087
51. Zhang T., Gao X.-m., Li J.-c., Xiao L.-b., Gao H.-x., Zhao F.-q., Ma H.-x. Progress on the application of graphene-based composites toward energetic materials: A review. *Defence Technology*, **2023**. DOI: 10.1016/j.dt.2023.01.016
52. Wang Q., Feng X., Wang S., Song N., Chen Y., Tong W., Han Y., Yang L., Wang B. Metal-Organic Framework Templated Synthesis of Copper Azide as the Primary Explosive with Low Electrostatic Sensitivity and Excellent Initiation Ability. *Advanced Materials*, **2016**, 28, № 28, 5837–5843. DOI: 10.1002/adma.201601371
53. Wang H., Kline D.J., Rehwoldt M.C., Zachariah M.R. Carbon Fibers Enhance the Propagation of High Loading Nanothermites: In Situ Observation of Microscopic Combustion. *ACS Applied Materials & Interfaces*, **2021**, 13, № 26, 30504–30511. DOI: 10.1021/acsaami.1c02911
54. Jiang Y., Deng S., Hong S., Tiwari S., Chen H., Nomura K.-i., Kalia R.K., Nakano A., Vashishta P., Zachariah M.R., Zheng X. Synergistically Chemical and Thermal Coupling between Graphene Oxide and Graphene Fluoride for Enhancing Aluminum Combustion. *ACS Applied Materials & Interfaces*, **2020**, 12, № 6, 7451–7458. DOI: 10.1021/acsaami.9b20397
55. Zhang M., Zhao F., Li H., Yuan Z., Dong S., Wang Y., Chen X., Yang Y., Song X., Jiang Z. Insight into graphene-salen metal nanocomposites on combustion performance and mechanism of HMX-CMDB propellant. *Chemical Engineering Journal*, **2022**, 429, 132175. DOI: 10.1016/j.cej.2021.132175
56. Ortiz-Medina J., Wang Z., Cruz-Silva R., Morelos-Gomez A., Wang F., Yao X., Terrones M., Endo M. Defect Engineering and Surface Functionalization of Nanocarbons for Metal-Free Catalysis. *Advanced Materials*, **2019**, 31, № 13, 1805717. DOI: 10.1002/adma.201805717
57. Pang W., Xia X., Zhao Y., DeLuca L.T., Trache D., OuYang D., Meng S., Liu X., Yu H. Effect of Carbon Nanotubes (CNTs) on the Performance of Solid Rocket Propellants (SRPs): A Short Review. *FirePhysChem*, **2023**. DOI: 10.1016/j.fpc.2023.05.003
58. Wood K.N., O'Hayre R., Pylpenko S. Recent progress on nitrogen/carbon structures designed for use in energy and sustainability applications. *Energy & Environmental Science*, **2014**, 7, № 4, 1212–1249. DOI: 10.1039/c3ee44078h
59. Wang C., Li Z., Ling S., Lei T., Su J. In situ atomic-scale observation of irradiation induced carbon nanocrystalline formation from dense carbon clusters. *Nanotechnology*, **2018**, 29, № 11, 115602. DOI: 10.1088/1361-6528/aaa63c
60. Pouchairet J.-L., Rossi C. PyroMEMS as Future Technological Building Blocks for Advanced Microenergetic Systems. *Micromachines*, **2021**, 12, № 2, 118. DOI: 10.3390/mi12020118
61. Powell I.J. Insensitive Munitions – Design Principles and Technology Developments. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2016**, 41, № 3, 409–413. DOI: 10.1002/prop.201500341
62. Isler J. (late) J. The Transition to Insensitive Munitions (IM). *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **1998**, 23, № 6, 283–291. DOI: 10.1002/(sici)1521-4087(199812)23:6<283::aid-prep283>3.0.co;2-h
63. Kumar S., Bhushan P., Pandey M., Bhattacharya S. Additive manufacturing as an emerging technology for fabrication of microelectromechanical systems (MEMS). *Journal of Micromanufacturing*, **2019**, 2, № 2, 175–197. DOI: 10.1177/2516598419843688
64. Ahn J.Y., Kim S.B., Kim J.H., Jang N.S., Kim D.H., Lee H.W., Kim J.M., Kim S.H. A micro-chip initiator with controlled combustion reactivity realized by integrating Al/CuO nanothermite composites on a microhotplate platform. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, **2015**, 26, № 1, 015002. DOI: 10.1088/0960-1317/26/1/015002

65. Currano L.J., Churaman W.A. Energetic Nanoporous Silicon Devices. *Journal of Microelectromechanical Systems*, **2009**, 18, № 4, 799–807. DOI: 10.1109/jmems.2009.2023883.
66. Li M., Hu T. Research status and development trend of MEMS S&A devices: A review. *Defence Technology*, **2020**. DOI: 10.1016/j.dt.2020.02.014
67. Chen C., Zhao S., Zhu P., Shi J., Yan F., Xia H., Shen R. Improvement of silver azide crystal morphology and detonation behavior by fast mixing using a microreaction system with an integrated static micromixer. *Reaction Chemistry & Engineering*, **2020**, 5, № 1, 154–162. DOI: 10.1039/c9re00393b
68. He Y., Guo X., Long Y., Huang G., Ren X., Xu C., An C. Inkjet Printing of GAP/NC/DNTF Based Microscale Booster with High Strength for PyroMEMS. *Micromachines*, **2020**, 11, № 4, 415. DOI: 10.3390/mi11040415
69. Shin M.-K., Kim M.-H., Kim G.-Y., Kang B., Chae J.S., Haam S. Highly Energetic Materials-Hosted 3D Inverse Opal-like Porous Carbon: Stabilization/Desensitization of Explosives. *ACS Applied Materials & Interfaces*, **2018**, 10, № 50, 43857–43864. DOI: 10.1021/acsami.8b11591
70. Hou C., Li C., Jia X., Zhang Y., Zhang S. Facile Preparation and Properties Study of CL-20/TATB/VitonA Composite Microspheres by a Spray-Drying Process. *Journal of Nanomaterials*, **2020**, 1–8. DOI: 10.1155/2020/8324398
71. Liu Y., Xu Y., Sun Q., Lu M. Modification of crystalline energetic salts through polymorphic transition: enhanced crystal density and energy performance. *CrystEngComm*, **2020**, 22, № 24, 4130–4135. DOI: 10.1039/d0ce00056f
72. Mathieu D. Sensitivity of Energetic Materials: Theoretical Relationships to Detonation Performance and Molecular Structure. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, **2017**, 56, № 29, 8191–8201. DOI: 10.1021/acs.iecr.7b02021
73. Wang F., Tsyshkevsky R., Zverev A., Mitrofanov A., Kuklja M.M. Can a Photosensitive Oxide Catalyze Decomposition of Energetic Materials? *The Journal of Physical Chemistry C*, **2017**, 121, № 2, 1153–1161. DOI: 10.1021/acs.jpcc.6b10127
74. Shukla H., Nandan G.R.S., Shukla P., Kumar V., Varma M. Ignition and Combustion Characteristics of a Micro-Electromechanical System (MEMS) Pyrotechnic Thruster for Micro Propulsion Applications. *International Journal of Energetic Materials and Chemical Propulsion*, **2017**, 16, №2, 115–123. DOI: 10.1615/intjenergeticmaterials.chemprop.2018024455
75. Patel V.K., Joshi A., Kumar S., Rathaur A.S., Katiyar J.K. Molecular Combustion Properties of Nanoscale Aluminum and Its Energetic Composites: A Short Review. *ACS Omega*, **2020**. DOI: 10.1021/acsomega.0c03387
76. Wang Q., Han J., Zhang Y., Yan Z., Velasco E., Yang L., Wang B., Zang S.-Q. Fabrication of copper azide film through metal–organic framework for micro-initiator applications. *ACS Applied Materials & Interfaces*, **2019**, 11(8), 8081–8088. DOI: 10.1021/acsami.8b21754
77. Chavez D. E., Parrish D. A. Synthesis and characterization of 1-nitroguanyl-3-nitro-5-amino-1,2,4-triazole. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2012**, 37(5), 536–539. DOI: 10.1002/prep.201100112
78. Klapötke, Thomas M. *Energetic Materials Encyclopedia*. Berlin, Boston: De Gruyter, 2018. <https://doi.org/10.1515/9783110442922>
79. Guo Y.-Y., Chi W.-J., Li Z.-S., Li Q.-S. Molecular design of N–NO₂-substituted cycloalkanes derivatives C_m(N–NO₂)_m for energetic materials with high detonation performance and low impact sensitivity. *RSC Advances*, **2015**, 5(48), 38048–38055. DOI: 10.1039/c5ra04509f
80. Zeman S., Jungová M. Sensitivity and performance of energetic materials. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, **2016**, 41(3), 426–451. DOI: 10.1002/prep.201500351
81. Novoselov K. S., Geim A. K., Morozov S. V., Jiang D., Zhang Y., Dubonos S. V., Grigorieva I. V., Firsov A. A. Electric field effect in atomically thin carbon films. *Science*, **2004**, 306(5696), 666–669. DOI: 10.1126/science.1102896

PRODUCTION OF HYDROCHAR BY HYDROTHERMAL CARBONIZATION OF RICE HUSK

N.O.Appazov^{1,2}, A.G.Ibragim¹, D.Zh.Niyazova¹, I.D.Yespanova¹, A.B.Toybazarova¹, S.Lyubchyk³, R.A.Turmanov^{1,4}, M.I.Syzdykbayev¹, R.A.Narmanova^{1,4} G.Sh., Askarova¹

¹Non-profit joint-stock company «Korkyt Ata Kyzylorda University», Kyzylorda, Kazakhstan

²“CNEC” LLP, Kyzylorda, Kazakhstan

³Lusófona University, Lisbon, Portugal

⁴“DPS Kyzylorda” LLP, Kyzylorda, Kazakhstan

*E-mail: nurasar.82@korkyt.kz

Abstract. This paper presents the results of a study on the production of hydrochar through hydrothermal carbonization of rice husk. Hydrothermal carbonization is an innovative and promising biomass processing method that yields a carbon-rich product with high calorific value and a wide range of applications. Rice husk, a byproduct of the rice industry, is often considered waste but holds significant potential as a feedstock for bioenergy materials. Experiments on hydrothermal carbonization of rice husk were conducted under various temperature conditions. The optimal process parameters were determined based on the yield and physicochemical properties of the final product. The formation of pores on the hydrochar surface depends on the duration and temperature of the process. Biomass undergoes significant decomposition at high temperatures, exposing its underlying layers and enhancing hydrochar porosity. The optimal hydrothermal carbonization temperature for rice husk was found to be 800°C with a duration of 60 minutes. The iodine adsorption capacity at 800°C reached 63.37%. Scanning electron microscopy revealed that the obtained hydrochar possesses a well-developed porous structure.

Keywords: hydrothermal carbonization, rice husk, waste processing, adsorbent, hydrochar.

Appazov Nurbol Orynbasaruly	Candidate of chemical sciences, professor, e-mail: nurasar.82@korkyt.kz
Ibragim Aizhan Ganikyzy	Master's student, e-mail: aizhan.ibragim@icloud.com
Niyazova Dinara Zhumabekovna	Doctoral student, e-mail: din_bota.87@mail.ru
Yespanova Indira Daurenovna	Doctoral student, e-mail: indirka.25@mail.ru
Toybazarova Altynkul Bakytkyzy	Doctoral student, e-mail: toibazarova2002@mail.ru
Lyubchyk Sergiy	PhD, e-mail: sergiy.lyubchyk@yahoo.com
Turmanov Rakhymzhan Akhmetkhanovich	PhD, e-mail: t.rahimjan.91@mail.ru
Syzdykbayev Marat Izimkhanovich	Candidate of chemical sciences, e-mail: syzdykbayev_m@korkyt.kz
Narmanova Roza Abdibekovna	Candidate of technical sciences, Associate Professor, e-mail: roza_an@mail.ru
Askarova Gulzat Shakirbekovna	Candidate of technical sciences, e-mail: gulzat70@mail.ru

Citation: Appazov N.O., Ibragim A.G., Niyazova D.Zh., Yespanova I.D., Toybazarova A.B., Lyubchyk S., Turmanov R.A., Syzdykbayev M.I., Narmanova R.A., Askarova G.Sh. Production of hydrochar by hydrothermal carbonization of rice husk. *Chem. J. Kaz.*, **2025**, 2(90), 81-91. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.24>

ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОЧАРА ГИДРОТЕРМАЛЬНОЙ КАРБОНИЗАЦИЕЙ
РИСОВОЙ ШЕЛУХИ

*Н.О.Аппазов^{1,2}, А.Ф.Ибрагим¹, Д.Ж.Ниязова¹, И.Д.Еспанова¹, А.Б.Тойбазарова¹,
С.Любчик³, Р.А.Турманов^{1,4}, М.И.Сыздыкбаев¹, Р.А.Нарманова^{1,4}, Г.Ш.Аскарова¹*

¹ НАО «Кызылординский университет имени Коркыт Ата», Кызылорда, Казахстан

² ТОО «СНЕС», Кызылорда, Казахстан

³ Университет Лузофона, Лиссабон, Португалия

⁴ ТОО «DPS Кызылорда», Кызылорда, Казахстан

*E-mail: nurasar.82@korkyt.kz

Резюме. В данной работе приводятся результаты исследований процесса получения гидрочара методом гидротермальной карбонизации из рисовой шелухи. Гидротермальная карбонизация является инновационным и перспективным методом переработки биомассы, который позволяет получить углеродсодержащий продукт с высокой теплотворной способностью и широким спектром применения. Рисовая шелуха, являясь побочным продуктом рисовой промышленности, часто рассматривается как отход, однако она обладает значительным потенциалом в качестве сырья для получения биоэнергетических материалов. В ходе исследования были проведены эксперименты по гидротермальной карбонизации рисовой шелухи при различных температурных режимах. Оптимальные условия процесса были определены на основе анализа выхода конечного продукта и его физико-химических свойств. Появление пор на поверхности гидрочара зависит от продолжительности и температуры процесса. Биомасса значительно разлагается при высоких температурах, что приводит к экспозиции основных слоев биомассы, в результате чего улучшается пористость гидрочара. Оптимальная температура гидротермальной карбонизации рисовой шелухи составляет 800°C при продолжительности 60 мин. Адсорбционная активность по йоду при 800°C составила 63.37%. По результатам исследований на растровом электронном микроскопе можно увидеть, что полученный гидрочар имеет развитую пористую структуру.

Ключевые слова: гидротермальная карбонизация, рисовая шелуха, переработка отходов, адсорбент, гидрочар.

<i>Аппазов Нурбол Орынбасарұлы</i>	<i>кандидат химических наук, профессор</i>
<i>Ибрагим Айжан Ганикызы</i>	<i>магистрант</i>
<i>Ниязова Динара Жумабековна</i>	<i>докторант</i>
<i>Еспанова Индира Дауреновна</i>	<i>докторант</i>
<i>Тойбазарова Алтынкул Бакыткызы</i>	<i>докторант</i>
<i>Любчик Сергей</i>	<i>PhD</i>
<i>Турманов Рахымжан Ахметханович</i>	<i>PhD</i>
<i>Сыздыкбаев Марат Изимханович</i>	<i>кандидат химических наук</i>
<i>Нарманова Роза Абдибековна</i>	<i>кандидат технических наук, доцент</i>
<i>Аскарова Гульзат Шакирбековна</i>	<i>кандидат технических наук</i>

1. Введение

С ростом населения и промышленности увеличивается интерес к устойчивому сельскому производству и охране окружающей среды. Углеродные материалы, такие как активированный уголь, биочар и гидрочар, рекомендуются как адсорбент для очистки воды, улучшения характеристики почв и экологической санации из-за своей экономической

эффективности. Гидрочары, созданные методом гидротермальной карбонизации биомассы, широко применяются как улучшители почвы, удобрения, адсорбенты и источники энергии [1].

Чрезмерное образование отходов привело к концепции циркулярной биоэкономики, направленной на создание ценных побочных продуктов и улучшение экологической устойчивости. Ежегодное мировое производство риса составляет более 750 миллионов тонн соломы и 150 миллионов тонн шелухи. Термохимические и гидротермальные процессы используются для производства биочара и гидрочара из биомассы [2]. Рисовая шелуха (РШ) содержит ценные биоматериалы, которые широко применяются в различных областях. РШ и ее производные могут найти применение в качестве топлива и других источников энергии, строительных материалов, в фармацевтике, медицине и нанобиотехнологии [3].

В работе [4] детально проанализированы физические, химические и металлургические свойства гидрочара. Результаты показали, что благодаря гидротермальной карбонизации значительно улучшились общая теплотворная способность, измельчаемость, температура воспламенения, взрывоопасность, сгораемость и газификация по сравнению с исходными отходами.

Гидрочар может повысить продуктивность агролесоводческих систем, улучшая рост растений и качество почвы, а также помогать в смягчении изменений климата, фиксируя углерод в почве и потенциально увеличивая поглощение углерода деревьями [5].

Основные отличия гидрочара заключаются в высоком содержании кислородсодержащих функциональных групп и высокой теплотворной способности. Эти свойства зависят от типа исходного материала, температуры и времени гидротермальной карбонизации (ГТК). Гидрочар проявляет перспективы в качестве адсорбента, пористого углерода, носителя катализаторов и в сфере чистой энергии [6].

ГТК привлекло значительное внимание за последние несколько лет как процесс производства гидрочара из различных видов биологических материалов, таких как сельскохозяйственные отходы. Рассматриваются процессы масштабирования и применения гидрочара в различных отраслях промышленности [7]. Гидрочар обладает гидрофобными свойствами, высокой плотностью энергии и теплотворной способностью, сравнимыми с бурым углем. Основное различие между методами заключается в использовании большого количества воды при ГТК, что влияет на механизмы образования гидрочара. В работе [8] рассматриваются особенности низкотемпературной термообработки и изменения структурных компонентов биомассы (целлюлоза, гемицеллюлоза, лигнин) при этих процессах.

Получен гидрочар из отходов арбузной кожуры, который гидротермически обугливаются при 190°C и 260°C в течение 1 ч, 6 ч и 12 ч соответственно. Гидрочар и отработанный щелок собираются и

анализируются на предмет их свойств. Результаты показывают, что выход гидроcharа составляет 2–5% и 46–95% на свежем и сухом веществе соответственно [9].

С высоким содержанием углерода был получен гидроchar путем ГТК опавших листьев при различных температурах обработки 200–250°C и обрабатывалась горячей деионизированной водой в течение 30 минут. Таким образом, гидроchar с высоким содержанием энергии (91.67 %) был извлечен при карбонизации при 240°C [10].

Были синтезированы сорбционные углеродные материалы методом ГТК отходов растительного сырья агропромышленного комплекса – шрота подсолнечника. С помощью ИК-спектроскопии определен фазовый состав полученных образцов гидротермального углерода. Морфологические характеристики получены с помощью метода СЭМ. Установлено, что карбонизация образцов ГТК способствует развитию пористой структуры материалов-сорбентов [11].

Был получен гидроchar и пироchar, которые были изготовлены из травы Напье методом ГТК (200 и 240°C) и пиролиза (300 и 500°C) соответственно, и были систематически определены физико-химические свойства и характеристики сорбции Cd^{2+} [12].

Обогащенный фосфором гидроchar был получен путем совместной гидротермальной обработки биомассы (бамбук или гикори) с концентрированной H_3PO_4 (биомасса: $\text{H}_3\text{PO}_4 = 1:4$) при 200°C в течение 7 часов. Были определены характеристики гидроугля, обогащенного фосфором, и исследовано его влияние на стабилизацию Pb в почвах [13].

Был получен гидроchar путем каталитической ГТК рисовой соломы при 200°C с и без FeCl_3 (1.2 %) в качестве железного катализатора, который, как сообщается, обладает способностью улучшать поверхностные свойства. Были проведены эксперименты с партиями для изучения влияния дозировки сорбента, pH и начальной концентрации ионов металла на адсорбционные характеристики [14].

Углеродный гидроchar, который был получен путем гидротермальной карбонизации листьев финиковой пальмы. Данная биомасса была химически модифицирована с использованием H_2O_2 , что привело к образованию гидроcharа из листьев финиковой пальмы. Высококачественное просвечивающее электронное микроскопическое изображение гидроcharа из листьев финиковой пальмы показало структуру в виде губчатых кубических мезопорозных наноструктур и термальный анализ показал два этапа разложения при температурах около 330 и 400°C. Были оценены физико-химические свойства и способность к энергетическому производству гидроcharа. Гидроchar имеет более высокую теплотворную способность – 20.95 МДж/кг [15].

Исследован гидроchar из РШ в качестве альтернативного адсорбента для удаления атразина. Гидроchar был получен с помощью ГТК под воздействием микроволн при различных условиях: температура (150–200°C),

время пребывания (20-60 мин) и соотношение жидкости и твердого вещества (5:1–15:1 мл/г). Поверхностная активация гидроугля проводилась с использованием различных концентраций KOH и H₂O₂ [16].

Таким образом, исследование в области термической переработки, особенно ГТК сельскохозяйственных отходов является актуальной и позволяет получить практически полезный материал. В данной работе нами предложен способ переработки многотоннажного отхода – РШ в практически полезный материал – гидрочар, который может найти применение в очистке различных стоков и в сельском хозяйстве для улучшения характеристик деградированных почв.

2. Экспериментальная часть

Процедура подготовки рисовой шелухи включала двукратное промывание под проточной водой, затем один раз дистиллированной водой. После промывки шелуха была высушена в сушильном шкафу XD-80 при температуре 105°C в течение 24 ч. Для экспериментов использовалась высушенная и промытая РШ. 40 г измельченной РШ смешивались с 40 мл воды, после полного впитывания воды проводили эксперименты по получению гидрочара в вакуумной муфельной печи 17АМ при температурах 250°C, 300°C, 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 600°C, 700°C и 800°C. Полученный гидрочар измельчали с помощью планетарной шаровой мельницы ВКВМ-V2 BioBase.

Формирование пористой структуры гидрочара зависит от температуры карбонизации. При высоких температурах биомасса значительно разлагается, что приводит к увеличению пористости. Микрофотографии гидрочара сняты на низковакуумном растровом электронном микроскопе JSM-6510LV, что позволил изучить пористую структуру полученных образцов.

Определение элементного состава гидрочара проводили рентгено-флуоресцентным спектрометром NEX CG Rigaku.

Изучены следующие параметры гидрочара по общеизвестным методикам: влажность, насыпная плотность, адсорбционная активность по йоду и зольность.

3. Результаты и обсуждение.

Задача данной работы состоит в разработке синтеза гидрочара гидротермальной карбонизацией рисовой шелухи. Перед карбонизацией РШ последовательно промывали проточной и дистиллированной водой и сушили в сушильном шкафу при температуре 105°C в течение 24 ч.

В 40 г рисовой шелухи перемешивая добавили 40 мл дистиллированной воды, после полного впитывания воды полученную смесь карбонизировали в вакуумной муфельной печи при различных температурах и в течение 1 ч. Изучены влияние температуры карбонизации на выход гидрочара и на его

физико-химические характеристики, такие как влажность, насыпная плотность и адсорбционная активность по йоду (Таблица 1).

Таблица 1 – Результаты исследований по гидротермальной карбонизации рисовой шелухи

Температура карбонизации, °С	Продолжительность, ч	Выход гидроchara, %	Влажность, %	Насыпная плотность, г/л	Адсорбционная активность по йоду, %
250	1	8.88	2.25	682.1	8.88
300	1	10.13	2.42	422.0	10.13
350	1	13.90	2.74	408.0	13.90
400	1	20.32	2.75	418.4	20.32
450	1	21.50	1.85	475.7	21.50
500	1	22.83	1.71	467.7	22.83
600	1	35.52	3.44	617.6	35.52
700	1	38.10	2.29	695.5	38.10
800	1	63.37	2.09	746.2	63.37

Для определения элементного состава полученных гидроcharов применяли энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр NEX CG Rigaku. Элементный состав гидроchara, полученного из рисовой шелухи приведен в таблице 2.

Таблица 2 – Элементный состав гидроcharов, полученных из рисовой шелухи

Гидроchar, полученный при температуре, °С	SiO ₂ , %	K ₂ O, %	CaO, %	Fe ₂ O ₃ , %
250	11.59	0.22	0.20	0.02
300	17.56	1.62	0.34	0.03
350	19.18	1.38	0.38	0.30
400	20.29	1.07	0.43	0.30
450	22.61	0.94	0.50	0.04
500	22.99	1.99	0.53	0.35
600	23.75	2.38	0.56	0.35
700	24.12	2.84	0.73	0.21
800	25.81	3.08	0.73	0.25

Содержание угля изучали косвенным способом определяя содержания золы, потеря массы при прокаливании взяли как масса углерода.

Для определения содержания углерода и золы взяли навеску 1 г гидроchara в тигле и помещали в муфельную печь, разогретую до 1000°С и выдерживали при этой температуре 1 ч. После высушивания массу образца взвешивали в аналитических весах, результаты показаны в таблице 3.

Таблица 3 – Определение содержания углерода в гидрочаре

Гидрочар полученный при разных температурах, °С	Масса гидрочара, г	Содержание золы, %	Содержание углерода, %
250	1	19.47	80.53
300	1	28.87	71.13
350	1	31.02	68.92
400	1	32.72	67.28
450	1	36.23	63.77
500	1	38.12	61.88
600	1	38.43	61.57
700	1	38.77	61.23
800	1	41.22	58.78

Определение пористости гидрочара осуществляли с помощью электронного растрового микроскопа. Образование пор на поверхности гидрочара зависит от температуры карбонизации. При высоких температурах биомасса значительно разлагается, что приводит к обнажению её основных слоев и увеличению пористости гидрочара. На микрофотографиях можно увидеть гидрочары, полученные из рисовой шелухи при температурах 600°C, 700°C и 800°C (обладающие наиболее высокими адсорбционными характеристиками), изображения демонстрируют развитую пористую структуру полученных сорбентов (рисунки 1, 2, 3).

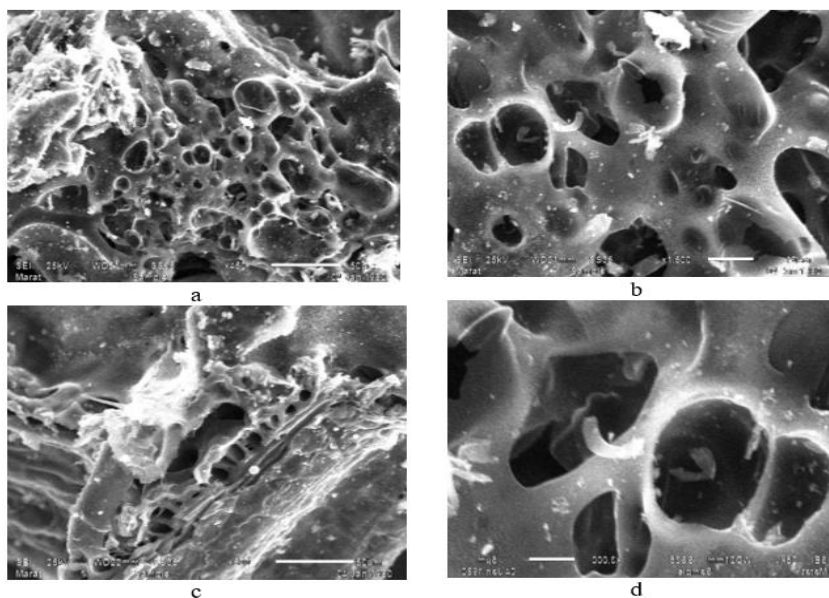


Рисунок 1 – Микрофотография гидрочара, полученного при 600°C, а – 450, б – 800, с – 1500, д – 3000 кратное увеличение

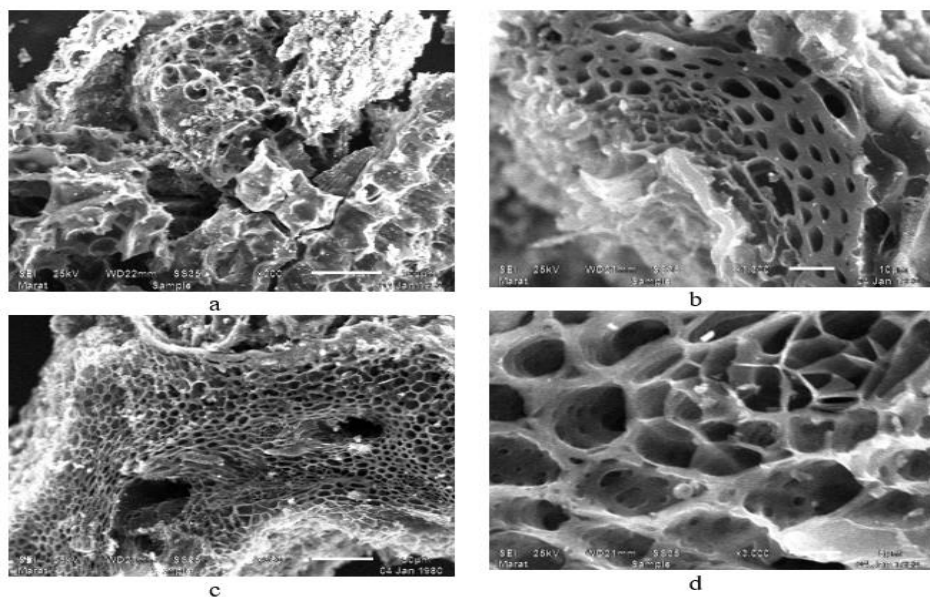


Рисунок 2 – Микрофотография гидроchara, полученного при 700°C, а – 200, б – 450, в – 1300, д – 3000 кратное увеличение

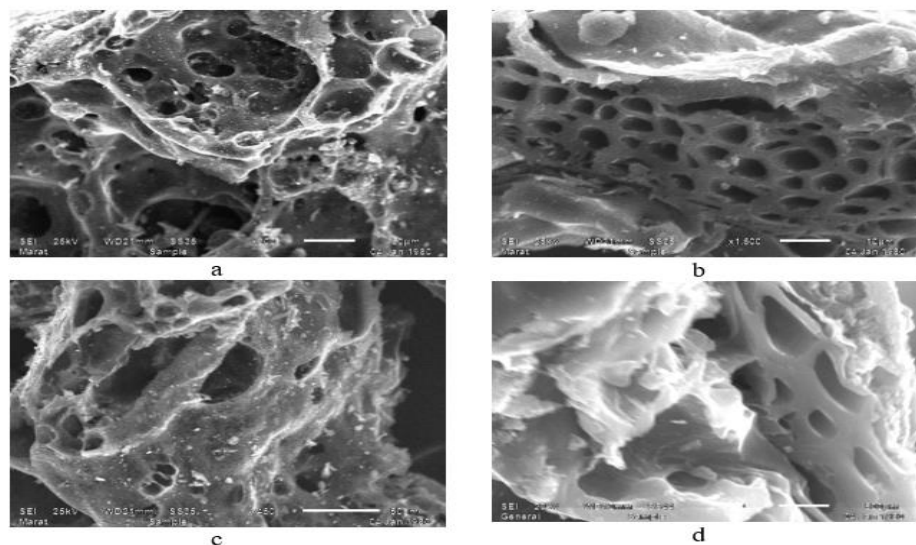


Рисунок 3 – Микрофотография гидрочара полученного при 800°С, а – 300, б – 450, в – 1500, д – 3000 кратное увеличение

Определение пористости гидрочара имеет ключевое значение для понимания его физических и химических свойств. Пористость влияет на адсорбционную способность гидрочара: чем выше пористость, тем большая

поверхность доступна для поглощения загрязняющих веществ или других химических соединений. Это делает его более эффективным в очистке воды, воздуха и в химической промышленности. Пористость также оказывает влияние на каталитические свойства гидрочара. В гидрочаре, применяемом в качестве катализатора, большая пористость увеличивает объем активной поверхности, что способствует более быстрой и эффективной химической реакции. Это имеет значение в промышленных процессах и энергетических приложениях.

Таким образом, гидротермальная карбонизация рисовой шелухи представляет собой эффективный и экологически чистый способ утилизации сельскохозяйственных отходов, обеспечивая получение ценного энергетического продукта. Дальнейшие исследования в данной области могут способствовать развитию устойчивых методов переработки биомассы и расширению областей применения полученных материалов.

4. Заключение

Гидротермальная карбонизация рисовой шелухи демонстрирует успешное превращение сельскохозяйственного отхода в ценный углеродный материал. Полученный гидрочар обладает высоким содержанием углерода и может найти применение в различных промышленных и экологически устойчивых приложениях. Исследование показало, что температура карбонизации, существенно влияет на характеристики гидрочара. Оптимизация этих параметров может значительно улучшить качество и экономическую эффективность продукта. В работе установлено, что оптимальная температура карбонизации РШ составляет 800°C при продолжительности 60 мин. Адсорбционная активность по йоду при 800°C составила 63.37%. По результатам исследований на растровом электронном микроскопе можно увидеть, что полученные гидрочары имеют развитую пористую структуру.

Гидрочар, полученный методом гидротермальной карбонизации рисовой шелухи может найти применение в качестве адсорбента для очистки воды. Его высокие сорбционные свойства позволяют эффективно удалять из сточных вод различные загрязнители, такие как тяжелые металлы и органические вещества. Это исследование способствует эффективному управлению сельскохозяйственными отходами и производству экологически чистых продуктов.

Благодарность. Авторы благодарят Лабораторию инженерного профиля НАО «Кызылординский университет им. Коркыт Ата» за техническую поддержку проведенных исследований.

Финансирование. Исследование профинансировано Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (ПЦФ No. BR21882415).

Конфликт интересов: Конфликт интересов между авторами отсутствует.

КҮРІШ ҚАУЫЗЫН ГИДРОТЕРМАЛДЫ КАРБОНИЗАЦИЯЛАУ АРҚЫЛЫ ГИДРОЧАР АЛУ

Н.О.Аппазов^{1,2}, Ә.Ф.Ибрагим¹, Д.Ж.Ниязова¹, И.Д.Еспанова¹, Ә.Б.Тойбазарова¹, С.Любчик³, Р.Ә.Тұрманов^{1,4}, М.И.Сыздықбаев¹, Р.Ә.Нарманова^{1,4}, Г.Ш.Асқарова¹

¹"Қорқыт Ата атындағы Қызылорда университеті" КеАҚ, Қызылорда, Қазақстан

²"CNEC" ЖШС, Қызылорда, Қазақстан

³Лузофона университеті, Лиссабон, Португалия

⁴"DPS Қызылорда" ЖШС, Қызылорда, Қазақстан

*E-mail: nurasar.82@korkyt.kz

Түйіндемe. Бұл зерттеу жұмысында күріш қауызынан гидротермалды карбонизация әдісі арқылы гидрочар алу процесінің нәтижелері келтірілген. Гидротермалды карбонизация – биомассаны өңдеудің инновациялық және перспективалы әдісі болып табылады, ол жоғары калориялық қуаты және кең қолданыс аясы бар көміртегі бар өнім алуға мүмкіндік береді. Күріш қауызы күріш өнеркәсібінің қосымша өнімі ретінде жиі қалдық деп саналады, дегенмен ол биоэнергетикалық материалдар алу үшін шикізат ретінде айтарлықтай әлеуетке ие. Зерттеу барысында күріш қауызын әртүрлі температуралық режимдерде гидротермалды карбонданизация бойынша тәжірибелер жүргізілді. Процестің онтайлы жағдайлары соңғы өнімнің шығымы мен оның физика-химиялық қасиеттерін талдау негізінде анықталды. Гидрочар бетіндегі кеуектердің пайда болуы процестің ұзақтығына және температурасына байланысты. Биомасса жоғары температурада айтарлықтай ыдырайды, бұл биомассаның негізгі қабаттарының ашылуына әкеледі, нәтижесінде гидрочардың кеуектілігі жақсарады. Күріш қауызын гидротермалды карбонданизациялаудың онтайлы температурасы 800°C және 60 минут ұзақтығы болып табылады. Йод бойынша сіңіргіштік белсенділігі 800°C-та 63.37% құрады. Сканерлік электронды микроскоппен жүргізілген зерттеулер нәтижесінде алынған гидрочардың дамыған кеуекті құрылымға ие екендігі байқалды.

Түйін сөздер: гидротермалды карбонданизация, күріш қауызы, қалдықтарды өңдеу, сорбент, гидрочар.

Аппазов Нұрбол Орынбасарұлы	<i>Химия ғылымдарының кандидаты, профессор</i>
Ибрагим Айжан Ғаниқызы	<i>Магистрант</i>
Ниязова Динара Жұмабекқызы	<i>Докторант</i>
Еспанова Индира Дәуренқызы	<i>Докторант</i>
Тойбазарова Алтынкүл Бакытқызы	<i>Докторант</i>
Любчик Сергей	<i>PhD</i>
Тұрманов Рахымжан Ахметханұлы	<i>PhD</i>
Сыздықбаев Марат Ізімханұлы	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
Нарманова Роза Әбдібекқызы	<i>Техника ғылымдарының кандидаты, доцент</i>
Асқарова Гүлзат Шәкірбекқызы	<i>Техника ғылымдарының кандидаты</i>

References

1. A. Khosravi, H. Zheng, Q. Liu, M. Hashemi, Y. Tang, B. Xing, *Chemical Engineering Journal*, 430 (4), 133142, **2022**. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.133142>.
2. S. Masoumi, V.B Borugadda, S. Nanda, A.K.Dalai, *Catalysts*, **11** (8), 939, **2021**.
3. M. Kordi, N. Farrokhi, M.I. Pech-Canul, A. Ahmadikhah, *Rice Science*, 31 (1), 14, **2024**. DOI: [10.1016/j.rsci.2023.08.005](https://doi.org/10.1016/j.rsci.2023.08.005).

4. L. Ye, J. Zhang, G. Wang, Ch. Wang, X. Mao, X. Ning, N. Zhang, H. Teng, J. Li, Chuan W., *Energy*, 263 (D), 125903, **2023**. DOI: 10.1016/j.energy.
5. G. Battipaglia, F. Niccoli, J.P. Kabala, R. Marzaioli, T. Di Santo, S. Strumia, S. Castaldi, M. Petriccione, L. Zaccariello, D. Battaglia, M.L. Mastellone, E. Coppola, F.A. Rutigliano, *Forests*, 14(4), 658, **2023**. DOI: [10.3390/f14040658](https://doi.org/10.3390/f14040658)
6. W. Yanjiao, L. Wei, W. Qiong, L. Shouxin, *Progress in Chemistry*, 28(1), 121, **2016**.
7. M. Sharma, J. Singh, Ch. Baskar, A. Kumar, *BioTechnology*, 100 (2), 179, **2019** DOI: 10.5114/bta.2019.85323
8. Xuejiao Chen, Qimei Lin, Ruidong He, Xiaorong Zhao, Guitong Li, *Bioresource Technology*, 241. 236, 0960-8524, **2017**, DOI: [10.1016/j.biortech.2017.04.012](https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.04.012).
9. Najam Ul Saqib, Minah Oh, Woori Jo, Seong-Kyu Park, Jai-Young Lee, *J Mater Cycles Waste Manag*, 19, 111–117, **2017**. DOI: [10.1007/s10163-015-0371-1](https://doi.org/10.1007/s10163-015-0371-1)
10. А. Е. Бураков, Т. С. Кузнецова, И. В. Буракова, О. А. Ананьева, Э. С. Мкртчян, Т.П.Дьячкова, А. Г.Ткачев, *Жидкие кристаллы и их практическое использование*, 23(3), 54, **2023**. DOI:10.18083/LCAppl.2023.3.54
11. C. Espro, A. Satira, F. Mauriello, Z. Anajafi, K. Moulalee, D. Iannazzo, G. Neri, *Sensors and Actuators: B. Chemical* 341, **2021** DOI: [1016/j.snb.2021.130016](https://doi.org/10.1016/j.snb.2021.130016)
12. J.T. Wang, Y. T. Wang, J. X. Wang, Guiyue Du, K. Y Khan, Yanxing Song, Cui Xiaoqiang, Cheng Zhanjun, Yan Beibei, Chen Guanyi, *CHEMOSPHERE*, 308 (3), 136389, **2022**, DOI: 10.1016/j.chemosphere.2022.136389
13. Feiyue Li, Andrew R. Zimmerman, Y. Zheng, Y. Yang, J. Huang, Y. Zhang, X. Hu, Z. Yu, J. Huang, B. Gao, *Science of The Total Environment*, 783, 146983 (2021), DOI: 10.1016/j.scitotenv.2021.146983
14. K. Nadarajah, Erick R. Bandala, Z. Zhang, S. Mundree, A. Goonetilleke, *Journal of Water Process Engineering*, 40, 101929, **2021**, DOI: 10.1016/j.jwpe.2021.101929
15. H. H. Hammud, R. K. Karnati, M. Al Shafee, Y. Fawaz, H. Holail, *Chemical Engineering Communications*, 208(2), 197, **2019**. DOI: [10.1080/00986445.2019.1702975](https://doi.org/10.1080/00986445.2019.1702975)
16. Kim Anh Phan, Doungkamon Phihusut, Nattapong Tuntiwiwattanapun, *J. Environ. Chem. Eng.*, 10(3), 107575, 2213-3437, **2022**. DOI: 10.1016/j.jece.2022.107575.

THERMOCHEMICAL PROPERTIES OF SILVER NANOPARTICLE COMPOSITIONS FUNCTIONALIZED BY CYTISINE BETA-OLIGOSACCHARIDE CLATHRATE

S.D. Fazylov^{1*}, O.A. Nurkenov^{1,2}, A.Zh. Sarsenbekova³, R.Ye. Bakirova⁴, A.B. Tateeva³,
A.K. Syzdykov^{1,2}, A.K. Sviderskiy⁵, A.Zh. Mendibayeva^{1,2}

¹Institute of Organic Synthesis and Coal Chemistry, Karaganda, Kazakhstan

²Karaganda Industrial University, Temirtau, Kazakhstan

³Karaganda Buketov University, Karaganda, Kazakhstan

⁴Karaganda Medical University, Karaganda, Kazakhstan

⁵Zhezkazgan University named after Omir Khan Baikonurov, Zhezkazgan, Kazakhstan

*E-mail: iosu8990@mail.ru

Abstract. *Introduction.* The article discusses the thermochemical properties of the composition of silver nanoparticles functionalized by the β -oligosaccharide clathrate complex of cytosine and its O,O-dimethylphosphate derivatives. *Methodology.* Thermogravimetric and differential thermogravimetric analyses were used to obtain data on the kinetics of thermal decomposition of the studied substrates, as well as their encapsulated complexes of inclusions modified with silver nanoparticles. *Results and Discussion.* Studies have been carried out on a scanning electron microscope aimed at analyzing the evolution of their structure under the influence of various temperature conditions. Energy profiles of the processes of destruction of clathrate molecules have been obtained. It is shown that the process of destruction of clathrate molecules begins in reactions with higher activation energy values and continues with a uniform decrease in E_a along the reaction path, which indicates a multi-stage process. The research results made it possible to identify the corresponding phase transformations of nanocompositions, as well as possible recrystallization processes and other changes occurring in the inclusion complexes as a result of annealing. *Conclusion.* The kinetic data obtained contribute to predicting the properties of the obtained compositions of silver nanoparticles functionalized by the β -oligosaccharide clathrate complex of cytosine and its phosphorous derivative under long-term storage conditions and searching for optimal ways to stabilize them.

Keywords: silver nanoparticles, cytosine, β -oligosaccharide, inclusion complex, thermal decomposition.

<i>Fazylov Serik Drakhmetovich</i>	<i>Academician of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, Doctor of Chemical Sciences, Professor, e-mail: iosu8990@mail.ru</i>
<i>Nurkenov Oralgazy Aktayevich</i>	<i>Doctor of chemical sciences, Professor, e-mail: nurkenov_oral@mail.ru</i>
<i>Sarsenbekova Akmaral Zhakanovna</i>	<i>Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, e-mail: chem_akmaral@mail.ru</i>

Citation: Fazylov S.D., Nurkenov O.A., Sarsenbekova A.Zh., Bakirova R.Ye., Tateeva A.B., Syzdykov A.K., Sviderskiy A.K., Mendibayeva A.Zh. Thermochemical properties of silver nanoparticle compositions functionalized by cytosine beta-oligosaccharide clathrate. *Chem. J. Kaz.*, 2025, 2(90), 92-102. (In Russ.). DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.25>

Bakirova Ryszhan Emelevna	Doctor of Medical sciences, Professor, e-mail: bakir15@mail.ru
Tateeva Alma Baimagambetovna	Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, e-mail: almatateeva@mail.ru
Syzdykov Ardak Kanagatovich	PhD student, Junior researcher, e-mail: ardak.syzdykov.96@inbox.ru
Svidersky Aleksandr Konstantinovich	Doctor of chemical sciences, Professor, e-mail: katsostud@mail.ru
Mendibayeva Anel Zhanatovna	PhD student, Junior researcher, e-mail: anenyawa@mail.ru

ТЕРМОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИЙ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА, ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННЫЕ БЕТА-ОЛИГОСАХАРИДНЫМ КЛАТРАТОМ ЦИТИЗИНА

С.Д. Фазылов^{1}, О.А. Нуркенов^{1,2}, А.Ж. Сарсенбекова³, Р.Е. Бакирова⁴, А.Б. Татеева³, А.К. Сыздыков^{1,2}, А.К. Свидерский⁵, А.Ж. Мендибаева^{1,2}*

¹Институт органического синтеза и углехимии РК, Караганда, Казахстан

²Карагандинский индустриальный университет, Темиртау, Караганда

³Карагандинский университет им. Е.А. Букетова

⁴Карагандинский медицинский университет

⁵Жезказганский университет имени О. А. Байконурова, Жезказган, Казахстан

*E-mail: iosu8990@mail.ru

Резюме. *Введение.* В статье рассматриваются термохимические свойства композиции наночастиц серебра, функционализированные β-олигосахаридным клатратным комплексом цитизина и его О,О-диметилфосфатным производным. *Методология.* Методами термогравиметрического и дифференциального термогравиметрического анализов получены данные кинетики термического разложения изучаемых субстратов, а также их инкапсулированных комплексов включений, модифицированные наночастицами серебра. *Результаты и обсуждение.* На сканирующем электронном микроскопе проведены исследования, направленные на анализ эволюции их структуры под воздействием различных температурных режимов. Получены энергетические профили процессов разрушения молекул клатратов. Показано, что процесс разрушения молекул клатратов начинается в реакциях с более высокими значениями энергии активации и продолжается с равномерным уменьшением E_a вдоль пути реакции, что свидетельствует о многостадийности процесса. Результаты исследований позволили выявить соответствующие фазовые превращения наноконпозиций, а также возможные процессы рекристаллизации и прочие изменения, происходящие в комплексах включения в результате отжига. *Заключение.* Полученные кинетические данные способствуют прогнозированию свойств полученных композиций наночастиц серебра, функционализированные β-олигосахаридным клатратным комплексом цитизина и его фосфорпроизводного в условиях длительного хранения и поиску оптимальных путей их стабилизации.

Ключевые слова: наночастицы серебра, цитизин, β-олигосахарид, комплекс включения, термическое разложение.

Фазылов Серик Драхметович	Академик НАН РК, доктор химических наук, профессор
Нуркенов Оралгазы Актаевич	Доктор химических наук, профессор, заведующий лабораторией
Сарсенбекова Акмарал Жақановна	Кандидат химических наук, ассоциированный профессор
Бакирова Рысжан Емельевна	доктор медицинских наук, профессор

<i>Татеева Алма Баймаганбетовна</i>	<i>Кандидат химических наук, ассоц.профессор</i>
<i>Сыздыков Ардак Канатович</i>	<i>PhD студент, младший научный сотрудник</i>
<i>Свидерский Александр Константинович</i>	<i>Доктор химических наук, профессор</i>
<i>Мендибаева Анель Жанатовна</i>	<i>PhD студент, младший научный сотрудник</i>

1. Введение

Развитие нанотехнологий позволило получать наноматериалы с уникальными свойствами в области биомедицины благодаря их интересным биологическим свойствам [1]. Среди них большой интерес представляют наночастицы серебра (AgNP) и материалы, в которых они используются, в основном из-за их необычных физических и биоактивных свойств [2]. Серебро - хорошо известное противомикробное средство, оно эффективно против бактерий, вирусов, грибов и дрожжей, в том числе ряда штаммов, устойчивых к антибиотикам. Биохимические свойства наночастиц серебра связаны с рядом параметров, включая размер, форму и стабильность, которые в основном зависят от методики и условий их получения [3]. Эти свойства значительно улучшаются при использовании наночастиц серебра благодаря резкому увеличению площади поверхности. Многообещающим синтоном при поиске и создании новых противовирусных препаратов является известный алкалоид цитизин (Cz), содержащийся в семенах растений *Cytisus laborinum* L. и *Thermopsis lanceolata*, относящихся к семейству бобовых (*Fabaceae*, *Leguminosae*). Цитизин обладает «ганглиозным» действием и, благодаря стимулирующему воздействию на дыхание, считается дыхательным analeптиком [4].

Циклодекстрины (α -, β - и γ -CD) - это природные циклические олигосахариды, образующиеся в результате расщепления натурального крахмала [5]. β -ЦД играет важную роль в предотвращении агрегации наночастиц, тем самым способствуя их стабильности в растворе. Например, они успешно использовались для получения наночастиц серебра и золота благодаря хорошей растворимости в воде [6].

В предыдущем исследовании нами были описаны получение и особенности инкапсуляции цитизина и его фосфорпроизводного с β -CD комплексом наночастиц серебра [7]. Это исследование демонстрирует термохимические характеристики комплекса включения цитизина и его О,О-диалкилфосфатного производного (CzP) в качестве органических лигандов в наноконпозиции β -CD-AgNP. Конпозицию β -CD-Cz, модифицированную AgNP, можно считать многообещающей платформой для улучшения стабильности и расширения их потенциала в биомедицинском применении.

2. Экспериментальная часть

В работе использовались следующие реагенты: цитизин основание, белые кристаллы, $C_{11}H_{14}N_2O$, 190,24 г/моль, т.пл. 152-153°C, (Олдрич); β -CD (99%) («Fluka» т.пл. 270-290°C). Нитрат серебра были приобретены у компании Sinopharm Chemical Reagent. О,О-диметил-N-цитизиниламидо-фосфат (CzP) получен по методике [7]. Эксперименты по термогравиметрическому анализу новых соединений выполнены на дифференциальном сканирующем калориметре фирмы Netzsch Jupiter STA 449 F3, 2013 г., страна Германия. Инфракрасный спектр был измерен на ИК-анализаторе Bruker FTIR Alpha, страна Германия, год выпуска 2017 г.

3. Результаты и обсуждение

Термогравиметрический анализ (TG) (Cz, CzP, Cz(CzP)- β -CD и Cz(CzP)- β -CD-AgNP. Анализ TG композиции наночастиц серебра, функционализированные β -циклодекстриновым комплексом цитизина и его О,О-диметилфосфатным производным на представленных термограммах указывает на интенсивный процесс термического разложения исследуемых объектов (рис.1).

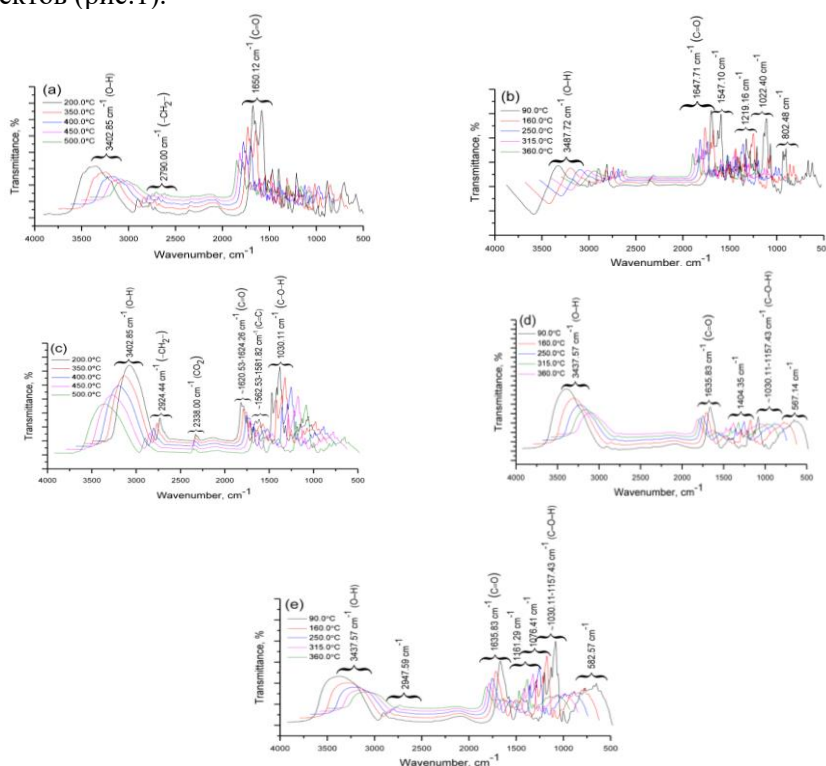


Рисунок 1 - Результаты ИК-спектроскопического анализа продуктов деградации Cz (a), CzP (b), Cz- β -CD (1:1) (c), Cz- β -CD-AgNP (d), CzP- β -CD-AgNP (e)

Для Cz этот процесс происходит при температуре $T_{\text{терм}}(\text{I}) = 260\text{--}440^\circ\text{C}$ (4a), а для CzP при $T_{\text{терм}}(\text{I}) = 240\text{--}500^\circ\text{C}$ (1c). На кривых ДТА наблюдается максимум (рис. 1b,d). Потеря массы Cz и CzP практически завершается при температурах $450\text{--}250^\circ\text{C}$. Начальный период термической деградации Cz- β -CD (1:1) при $T(\text{I})=100^\circ\text{C}$ характеризуется удалением воды, находящейся в полости β -CD. Дальнейшее нагревание комплекса включения Cz- β -CD приводит к потере массы ($\Delta m=65\%$), которая начинается при температуре $T(\text{II})=200\text{--}360^\circ\text{C}$ [7,8]. Термическое разрушение комплекса Cz- β -CD происходит по механизму последовательного разрыва связей и высвобождения компонентов комплекса из полости молекулы β -CD. Для комплексов включения Cz(CzP)- β -CD, модифицированных Ag, на начальных этапах нагрева наблюдается аналогичное поведение. Первый пик на кривой ДТА ($T(\text{I}) = 100^\circ\text{C}$) связан с удалением воды, находящейся внутри β -ЦД-полости. При $T(\text{II})=280\text{--}440^\circ\text{C}$ на кривых ДТА наблюдается резкая потеря массы ($\Delta m = 74\%$ для Cz- β -CD-Ag и $\Delta m = 62\%$ для CzP- β -CD-Ag), что соответствует окончательному разложению комплексов включения Cz(CzP)- β -CD-AgNP. При дальнейшем нагревании выше 500°C наблюдается стабилизация термостойких остатков, таких как наночастицы серебра. Эти результаты также подтверждаются результатами ИК-анализа (рис. 1a-e).

На следующих этапах исследования представлены результаты отжига Cz и его производных. После термической обработки Cz при температуре 90°C наблюдается небольшая деформация структуры, которая сопровождается потемнением материала.

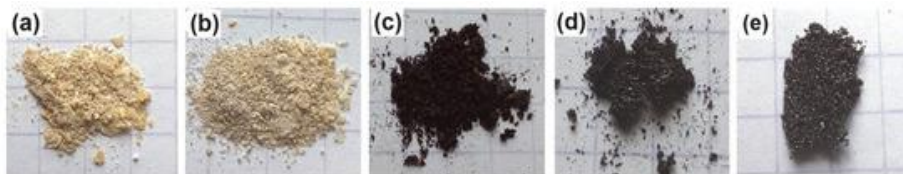


Рисунок 2 - Cz при различных температурах: 90°C (a); 160°C (b); 250°C (c); 315°C (d); 360°C (e)

При отжиге образцов материала при температуре 160°C наблюдается формирование рельефа, характеризующегося мягкими, плавными контурами, напоминающими степной ландшафт (рис.2). Дальнейшая карбонизация цитизина приводит к значительному изменению цвета, выраженному в переходе к тёмно-бежевому оттенку (рис. 3b). [8-10]. На следующих фотографиях (рис. 3) показаны фрагменты отожжённого CzP, полученные при разных температурах нагрева. CzP, отожжённый при низкой температуре (90°C), имеет прозрачные кристаллы (рис. 4a). CzP, отожжённый при высокой температуре (250°C), отличается желтоватым цветом и большей фракцией. Это указывает на начальные стадии разложения материала (рис. 3c). Это указывает на значительные преобразования, произошедшие в процессе обработки (рис. 4d).

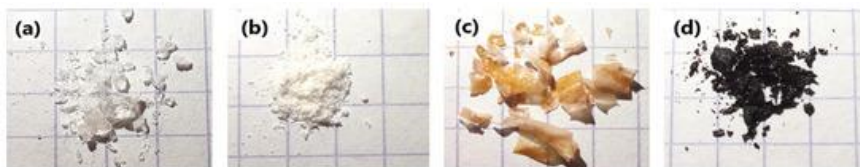


Рисунок 3 - Отжиг CzP при различных температурах:
90°C (a), 160°C (b), 250°C (c), 360°C (d)

После термической обработки при 80°C рельеф комплекса включения Cz- β -CD характеризуется небольшой деформацией с потемнением (рис. 5a). Процесс отжига комплекса включений Cz- β -CD при температуре 270°C характеризуется образованием волнистого рельефа с локальными выступами и углублениями, а последующее обугливание приводит к значительному потемнению материала до светло-коричневого оттенка (рис. 4b).

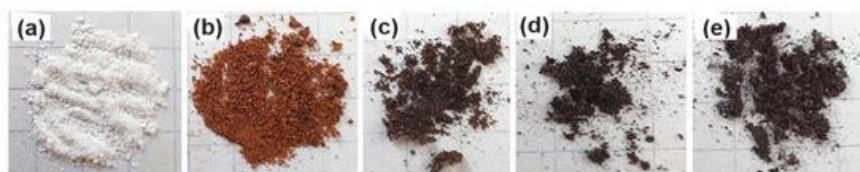


Рисунок 4 - Отожженный комплекс включения Cz- β -CD (1:1) при различных температурах:
(a) 80°C; (b) 270°C; (c) 300°C; (d) 350°C; (e) 450°C

Такие изменения связаны с фазовыми преобразованиями или реорганизацией молекулярной структуры комплекса включения Cz- β -CD. При повышении температуры до 300°C наблюдается усиленное изменение микрорельефа поверхности комплекса включений Cz- β -CD, которые придают поверхности шероховатость (рис. 4c) и металлический блеск (рис. 4d). Отжиг при температуре 450°C приводит к разрушению и распаду хрупкого клатрата, что указывает на почти полное разрушение комплекса Cz- β -CD (рис. 4e). Также был проведён отжиг нанокомпозита Cz- β -CD-AgNP (рис. 5).

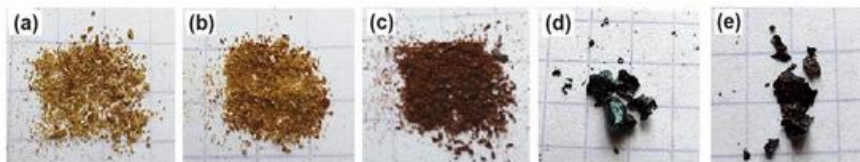


Рисунок 5 - Комплекс включения Cz- β -CD-AgNPs после отжига:
(a) 90°C; (b) 160°C; (c) 250°C; (d) 315°C; (e) 360°C

Отжиг при температуре 250°C не приводит к заметным изменениям в морфологии поверхности комплекса и характеризуется лишь потемнением образца (рис. 5с). При температуре 315°C происходит некоторое сглаживание рельефа поверхности комплекса, потемнение и появление металлического блеска (рис. 5d). Аналогичные исследования были проведены для комплекса включения CzP- β -CD-AgNP. При нагревании комплекса включения β -CD:CzP:Ag до температуры 250°C заметно изменяется его морфология. Рассматриваемые реакции классифицируются как топологические процессы [9,10]. В таких условиях концентрация реагента теряет своё значение, и удобнее использовать параметр α , который представляет собой долю прореагировавшего вещества в определённый момент времени. Математическую модель таких реакций можно представить с помощью дифференциального уравнения с начальным условием, отражающим значение α для реагента A в начале реакции ($t = 0$). Почти все методы расчёта кинетических параметров по термогравиметрическим данным основаны на применении уравнения [9-11]:

$$\frac{d\alpha}{dt} - \beta \frac{d\alpha}{dT} - k(T)f(\alpha) - A \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right)f(\alpha) \quad (1)$$

Метод Фридмана [10,11] является наиболее распространённым и часто используемым методом изоконверсии. Метод непараметрической кинетики, как и метод Фридмана, позволяет эффективно описывать природу реакций по мере увеличения скорости процесса (рис.6). Однако одной из ключевых особенностей этого подхода является возможность определения формально-кинетических параметров на основе заданного набора данных ($d\alpha/dt$, T и α) при их обработке.

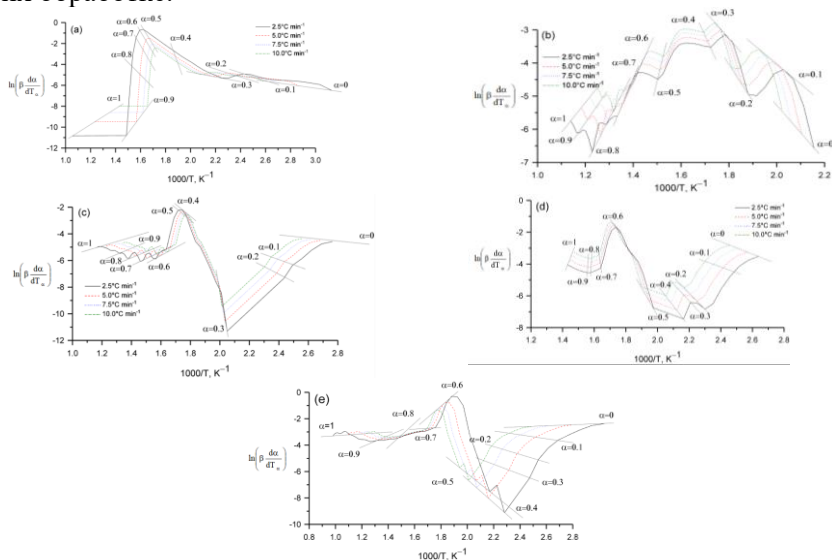


Рисунок 6 - Схематическое изображение дифференциального метода Фридмана: Cz (a); CzP (b); Cit- β -CD (c); Cit- β -CD-AgNPs (d); CzP- β -CD-AgNP (e)

Экспериментальные данные скорости реакции были получены путем вычисления согласно уравнению 1 (таблица 1) и может быть представлена в трехмерной системе координат для Cz; CzP; комплексов β -CD:Cz; β -CD:Cz:Ag; β -CD:CzP:Ag.

Таблица 1 - Кинетические параметры процесса термодеструкции β -CD, цитизин, цитафат и комплексы включения β -ЦД:Cz, β -CD:Cz:Ag, β -CD:CzP:Ag

Образец	$\overline{E}_{NPK}$, кДж моль ⁻¹	$\overline{A}$, с ⁻¹	Шестака-Берггрен		$\overline{E}_{S-B}$, кДж моль ⁻¹	$\overline{A}$, с ⁻¹	$\overline{E}_{FR}$, кДж моль ⁻¹	$\overline{A}$, с ⁻¹
			$\alpha^m(1-\alpha)^n$					
			m	n				
β-CD	83.94	1.56×10 ¹⁵	0.47	0.53	84.60	4.01×10 ¹⁶	83.41	2.72×10 ¹⁵
Cz	89.05	1.46×10 ⁵	0.65	0.34	89.05	2.02×10 ⁶	89.05	1.46×10 ⁵
CzP	90.12	1.54×10 ¹⁸	0.51	0.75	91.09	2.05×10 ¹⁹	90.01	2.14×10 ¹⁸
β-CD:Cz	93.73	1.25×10 ¹⁸	0.35	0.64	93.59	1.00×10 ¹⁹	91.23	1.76×10 ¹¹
β-CD:Cz:Ag	85.62	2.04×10 ¹⁰	0.53	0.47	85.09	7.82×10 ¹⁰	85.62	2.10×10 ¹⁰
β-CD:CzP:Ag	93.03	2.89×10 ¹⁸	0.66	1.34	94.32	1.05×10 ¹²	90.94	1.01×10 ¹²

4. Заключение

Методами термогравиметрического и дифференциального термогравиметрического анализов получены данные кинетики термического разложения инкапсулированных комплексов включений цитизина и его производных, модифицированные наночастицами серебра. Полученные энергетические профили, воспроизведенные различными аналитическими и расчетными методами, показали, что процесс разрушения молекул клатратов начинается с реакций с более высокими значениями энергии активации и продолжается с равномерным уменьшением E_a вдоль пути реакции, что свидетельствует о многостадийности процесса. Применение различных методов позволило получить значения энергетических профилей процессов разрушения молекул клатратов. Полученные кинетические данные способствуют прогнозированию свойства полученных композиций наночастиц серебра, функционализированные клатратным комплексом цитизина и его фосфорпроизводного в условиях длительного хранения и поиску оптимальных путей их стабилизации

Финансирование: Научно-исследовательская работа осуществлена в рамках ПЦФ BR24992921 Комитета науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан.

Конфликт интересов: Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов между авторами.

ЦИТИЗИН БЕТА-ОЛИГОСАХАРИД КЛАТРАТЫМЕН ФУНКЦИЯЛАНДЫРЫЛҒАН КҮМІС НАНОБӨЛШЕКТЕР КОМПОЗИЦИЯЛАРЫНЫҢ ТЕРМОХИМИЯЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ

С.Д.Фазылов^{1*}, О.А. Нүркенов^{1,2}, А.Ж.Сәрсенбекова³, Р.Е. Бәкірова⁴, А.Б.Татеева³,
А.Қ. Сыздықов^{1,2}, А.К.Свидерский⁵, А.Ж. Меңдібаева^{1,2}

¹ҚР органикалық синтез және көмір химиясы институты, Қарағанды, Қазақстан

²Қарағанды индустриялық университеті, Теміртау, Қазақстан

³Е. А. Бөкетов атындағы Қарағанды университеті, Қарағанды, Қазақстан

⁴Қарағанды медициналық университеті, Қарағанды, Қазақстан

⁵О. Байқоңыров атындағы Жезқазған университеті, Жезқазған, Қазақстан

*E-mail: iosu8990@mail.ru

Түйіндемe. *Kіріспе.* Мақалада цитизиннің β-олигосахаридті клатрат кешенімен және оның О, О-диметилфосфат туындысымен функционалдандырылған күміс нанобөлшектерінің құрамының термохимиялық қасиеттері қарастырылады. *Әдістеме.* Термогравиметриялық және дифференциалды термогравиметриялық талдау әдістерімен зерттелетін субстраттардың термиялық ыдырау кинетикасы, сондай-ақ олардың күміс нанобөлшектерімен модификацияланған инкапсуляцияланған қосындылар кешендерінің деректері алынды. *Нәтижелер және талқылау.* Сканерлеуші электронды микроскопта әртүрлі температуралық режимдердің әсерінен олардың құрылымының эволюциясын талдауға бағытталған зерттеулер жүргізілді. Клатрат молекулаларының ыдырау процестерінің энергетикалық профильдері алынды. Клатрат молекулаларының ыдырау процесі белсендіру энергиясының жоғары мәндері бар реакциялардан басталып, реакция жолында Е_a біркелкі төмендеуімен жалғасады, бұл процестің көп сатылы екенін көрсетеді. Зерттеу нәтижелері нанокомпозициялардың тиісті фазалық өзгерістерін, сондай-ақ қайта кристалдану процестерін және күйдіру нәтижесінде инклюзия кешендерінде болатын басқа өзгерістерді анықтауға мүмкіндік берді. *Қорытынды.* Алынған кинетикалық деректер ұзақ мерзімді сақтау жағдайында цитизин мен оның фосфор туындысының β-олигосахаридті клатрат кешенімен жұмыс істейтін күміс нанобөлшектерінің алынған композицияларының қасиеттерін болжауға және оларды тұрақтандырудың оңтайлы жолдарын іздеуге ықпал етеді.

Түйінді сөздер: күміс нанобөлшектері, цитизин, β-олигосахарид, қосу кешені, термиялық ыдырау.

Фазылов Серік Дахметұлы	ҚР ҰҒА академигі, химия ғылымдарының докторы, профессор
Нүркенов Оралғазы Ақтайұлы	Химия ғылымдарының докторы, профессор
Сәрсенбекова Ақмарал Жақанқызы	Химия ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор
Бакирова Рысжан Емельқызы	Медицина ғылымдарының докторы, профессор
Татеева Алма Баймағанбетовна	Химия ғылымдарының кандидаты, қауымдастырылған профессор
Сыздықов Ардақ Қанағатұлы	PhD студенті, кіші ғылыми қызметкер
Свидерский Александр Константинович	Химия ғылымдарының докторы, профессор
Меңдібаева Анель Жанатқызы	PhD студенті, кіші ғылыми қызметкер

Список литературы

1. Lulu – Liu, Chuang Ge, Yu Zhang, Wenrui Ma, Xi Su, Li Chen, Shunbo Li, Li Wang, Xiaojing Mu, Yi Xu. Tannic acid modified silver nanoparticles for enhancing anti-biofilms activities and modulating biofilms formation process. *Biomaterials Science*, **2020**, 8(17), 4852–4860. DOI: 10.1039/D0BM00648C
2. Qamer S, Romli M.H., Che-Hamzah F., Misni N., Joseph N.M.S., AL-Haj N.A., Amin-Nordin S. Systematic Review on Biosynthesis of Silver Nanoparticles and Antibacterial Activities: Application and Theoretical Perspectives. *Molecules*, **2021**, 26(16), 5057. DOI: 10.3390/molecules26165057
3. Tehri N., Vashishth A., Gahlaut A., Hooda V. Biosynthesis, antimicrobial spectra and applications of silver nanoparticles: current progress and future prospects. *Inorganic and Nano-Metal Chemistry*, **2020**, 52(1), 1–19. DOI:10.1080/24701556.2020.1862212
4. Walker N., Howe C., Glover M., McRobbie H., Barnes J., Nosa V., Parag V., Bassett B., Bullen Ch. Cytisine versus Nicotine for Smoking Cessation, *Randomized Controlled Trial*, **2014**, 371, 2353–2362. DOI: 10.1056/NEJMoa1407764
5. Gannimani R., Ramesh M., Mtambo S., Pillay K., Mahmoud E. S., Govender P. γ -Cyclodextrin capped silver nanoparticles for molecular recognition and enhancement of antibacterial activity of chloramphenicol, *Journal of Inorganic Biochemistry*, **2016**, 157, 15–24. DOI:10.1016/j.jinorgbio.2016.01.008.
6. Zhang X-F, Liu Z-G, Shen W, Gurunathan S. Silver Nanoparticles: Synthesis, Characterization, Properties, Applications, and Therapeutic Approaches. *International Journal of Molecular Sciences*, **2016**, 17(9), 1534. DOI:10.3390/ijms17091534
7. Muldakhmetov Z., Fazylov S., Gazaliev A., Nurkenov O., Seilkhanov O. The synthesis of new inclusion compounds complexes cytosine: β -cyclodextrin. *News of the national Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan Series Chemistry and technology*. **2022**. 2, N451, 112–120. DOI: 10.32014/2022.2518-1491.107
8. Šesták. J. Errors of kinetic data obtained from thermogravimetric curves at increasing temperature. *Talanta*, **1966**, 13, 567–579. DOI:10.1016/0039-9140(66)80267-9.
9. Serra R., Nomen R., Sempere J. The non-parametric kinetics a new method for the kinetic study of thermoanalytical data. *J. Therm. Anal. Calorim.*, **1998**, 52, 933–943. DOI: 10.1023/A:1010120203389.
10. Friedman H.I. New methods for evaluating kinetic parameters from thermal analysis data. *J. Polym. Sci.* **1969**, 7, 41–46. DOI: 10.1002/pol.1969.110070109.
11. Vlase T., Vlase G., Doca N., Bolcu C. Processing of non-isothermal TG data. Comparative kinetic analysis with NPK method. *J. Therm Anal Calorim.*, **2005**, 80, 59–64. DOI: 10.1007/s10973-005-0613-x.

References

1. Lulu – Liu, Chuang Ge, Yu Zhang, Wenrui Ma, Xi Su, Li Chen, Shunbo Li, Li Wang, Xiaojing Mu, Yi Xu. Tannic acid modified silver nanoparticles for enhancing anti-biofilms activities and modulating biofilms formation process. *Biomaterials Science*, **2020**, 8(17), 4852–4860. DOI: 10.1039/D0BM00648C
2. Qamer S, Romli M.H., Che-Hamzah F., Misni N., Joseph N.M.S., AL-Haj N.A., Amin-Nordin S. Systematic Review on Biosynthesis of Silver Nanoparticles and Antibacterial Activities: Application and Theoretical Perspectives. *Molecules*, **2021**, 26(16), 5057. DOI: 10.3390/molecules26165057
3. Tehri N., Vashishth A., Gahlaut A., Hooda V. Biosynthesis, antimicrobial spectra and applications of silver nanoparticles: current progress and future prospects. *Inorganic and Nano-Metal Chemistry*, **2020**, 52(1), 1–19. DOI:10.1080/24701556.2020.1862212
4. Walker N., Howe C., Glover M., McRobbie H., Barnes J., Nosa V., Parag V., Bassett B., Bullen Ch. Cytisine versus Nicotine for Smoking Cessation. *Randomized Controlled Trial*, **2014**, 371, 2353–2362. DOI: 10.1056/NEJMoa1407764
5. Gannimani R., Ramesh M., Mtambo S., Pillay K., Mahmoud E. S., Govender P. γ -Cyclodextrin capped silver nanoparticles for molecular recognition and enhancement of antibacterial activity of chloramphenicol. *J. Inorg. Biochem.* **2016**, 157, 15–24. DOI:10.1016/j.jinorgbio.2016.01.008.

-
6. Zhang X-F, Liu Z-G, Shen W, Gurunathan S. Silver Nanoparticles: Synthesis, Characterization, Properties, Applications, and Therapeutic Approaches. *International Journal of Molecular Sciences*, **2016**, 17(9), 1534. DOI:10.3390/ijms17091534
 7. Muldakhmetov Z., Fazylov S., Gazaliev A., Nurkenov O., Seilkhanov O. The synthesis of new inclusion compounds complexes cytosine: β -cyclodextrin. *News of the national Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan Series Chemistry and technology*. **2022**. 2, N451, 112-120. DOI: [10.32014/2022.2518-1491.107](https://doi.org/10.32014/2022.2518-1491.107)
 8. Šesták. J. Errors of kinetic data obtained from thermogravimetric curves at increasing temperature. *Talanta*, **1966**, 13, 567–579. DOI:[10.1016/0039-9140\(66\)80267-9](https://doi.org/10.1016/0039-9140(66)80267-9).
 9. Serra R., Nomen R., Sempere J. The non-parametric kinetics a new method for the kinetic study of thermoanalytical data. *J. Therm. Anal. Calorim.*, **1998**, 52, 933–943. DOI: 10.1023/A:1010120203389.
 10. Friedman H.I. New methods for evaluating kinetic parameters from thermal analysis data. *J. Polym. Sci.* **1969**, 7, 41–46. DOI: 10.1002/pol.1969.110070109.
 11. Vlase T., Vlase G., Doca N., Bolcu C. Processing of non-isothermal TG data. Comparative kinetic analysis with NPK method. *J. Therm Anal Calorim.*, **2005**, 80, 59-64. DOI: 10.1007/s10973-005-0613-x.

FURFURAL HYDRATING ON PROMOTED SKELETAL COPPER CATALYSTS

**B.Sh.Kedelbaev¹, S.K. Turtabaev², K.M. Lakhanova²,
S.A.Shitybaev^{2*}, A.B.Amirbek²**

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

²South Kazakhstan Pedagogical University named after Ozbekali Zhanibekov, Shymkent, Kazakhstan

*E-mail: shitibaev.serikbek@mail.ru

Abstract. *Introduction.* Furfural is a five-membered heterocyclic aldehyde of the furan series, which is an important biomass-derived compound. Its hydrogenation product, furfuryl alcohol, has numerous industrial applications. The selective hydrogenation of furfural has attracted interest for the development of efficient catalytic processes. In this study, attention is given to alloyed copper catalysts modified by ferroalloys for the hydrogenation process. *The purpose of this work* is to develop a process for the selective hydrogenation of furfural to furfuryl alcohol. The researchers developed highly active suspended alloyed alumina-copper catalysts, incorporating ferroalloys as promoters. Specifically, skeletal copper catalysts with 70% aluminum content were prepared, and ferroalloy additives such as FMo (ferromolybdenum) and FMn (ferromanganese) were introduced. The catalytic activity was studied under different technological conditions by monitoring the hydrogenation of furfural. *Results and Discussion.* It was found that the promoting effect of FMo and FMn is associated with the formation of new MeAl₃ compounds, inclusions, and eutectoids in the alloys, which remain in the non-alkaline state of the leached catalysts. Among the tested multicomponent copper catalysts, the activity order increased as follows: Cu-70% Al < Cu-FMn < Cu-3% FMo < Cu-FMo + FMn. *Conclusion.* The study demonstrates that alloyed copper catalysts promoted with ferroalloys, particularly a combination of FMo and FMn, exhibit enhanced catalytic activity and selectivity in the hydrogenation of furfural to furfuryl alcohol. These findings contribute to the development of more efficient catalytic systems for biomass-derived chemical transformations.

Key words: hydrogenation, furfural, furfural alcohol, process, alloy, catalyst, promotion.

Kedelbaev Bahytjan Shilmirzayevish	Doctor of technical science, professor, e-mail: kedelbaev@yandex.kz .
Turtabaev Sarsenbek Koyshabaevich	Doctor of technical science, professor, e-mail: sarsenbek.turtabaev@mail.ru .
Lahanova Kulzada Mergenbayevna	Doctor of agricultural sciences, professor, e-mail: kulzada56@mail.ru .
Shitybayev Serikbek Altynbekovich	Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, e-mail: shitibaev.serikbek@mail.ru .
Amirbek Arailym Bauyrzhankyzy	Master of Pedagogical Sciences, e-mail: araylim0709@gmail.com .

Citation: Kedelbaev B.Sh., Turtabaev S.K., Lahanova K.M., Shitybayev S.A., Amirbek A.B. Furfural hydrating on promoted skeletal copper catalysts. *Chem. J. Kaz.*, **2025**, 2(90), 103-110. DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.26>

1. Introduction

Carbohydrate-containing plant raw materials and its waste are quite promising alternative resource for the production of valuable chemical compounds. Their advantages are in renewability, or even practical inexhaustibility [1-5].

It is well known that climate change, the prospects for the development of oil resources and the rise in prices for them forced the world to look for alternative ways to acquire valuable chemical substances and fuels. In recent years, technologies for the production of the most important chemicals for the chemical and automotive industries from biomass are actively developed [6-8].

For example, furan derivatives are obtained by catalysis from sugars contained in biomass [6]. The furans are in the latest "technological roadmap" of biofuels for transport, compiled by the International Energy Agency [9].

The five-membered heterocyclic aldehyde of the furan series - furfural and products of its processing have long attracted the attention of researchers as an initial object for the synthesis of new compounds. [10].

Furfural is obtained by the catalytic dehydration of hexoses or pentoses [7].

Furfural is also present in bio-oil obtained as a result of rapid pyrolysis of biomass [11,12]. This brown viscous liquid contains many oxygen-containing compounds that give the oil undesirable properties, which makes it unsuitable as a fuel for transportation [13]. Hydrogenation of bio-oil eliminates the most reactive oxygen-containing groups, which, in turn, are the least desirable for all components [14-15].

Another of the most promising areas of chemical processing of furfural is its catalytic hydrogenation to furfuryl alcohol. This compound is in great demand in the chemical, textile, construction, engineering and aviation industries.

On the basis of furfuryl alcohol get anticorrosive materials, resistant to acids and alkalis. In a mixture with polyvinylbutinol, furyl resin is used as varnishes, mastics and adhesives. A mixture of furfuryl alcohol with nitric acid is used as a fuel for jet engines. Furfuryl alcohol based resins have a number of very valuable properties, including mechanical and thermal stability. In addition, furfuryl alcohol is the starting material for the synthesis of various furan and aliphatic products [16].

The authors [17] studied the hydrogenation of furfural, on a Cu / SiO₂ catalyst at 230-290 °C. Detailed kinetics, density function calculations (DFT) and spectroscopic studies were combined to research this reaction. It was established that the Langmuir-Hinshelwood model fits well with kinetic data and provides parameters of physical significance.

In this regard, the development of optimal catalysts for furfuryl is a significant problem. This is due to the fact that there is practically absent data of systematic research on the process hydrogenation of furfural on multicomponent copper catalysts. In particular, the influence of the nature of the metal of the catalyst, modifying additives, and technological parameters has not been studied.

2. Experimental part

The following multicomponent catalysts were the objects of the study: skeletal aluminum-copper (70% Al) catalysts with modifying additives of ferromolybdenum - FMO and ferromanganese - FMn and simultaneously ferromolybdenum and ferromanganese;

The original alloys were prepared in a high-frequency melting furnace according to the previously developed technology. In the quartz crucible, the calculated amount of aluminum was loaded in the form of pieces of 3-5 mm in size and heated to a temperature of 1000–1100 °C.

Melt mixing was carried out with an induction field for 3-5 minutes. Then the melt was poured into graphite molds and cooled in air. In the future, the alloys were crushed by hand and sieved through a sieve with a cell diameter of 0.25 mm. The catalysts were prepared by leaching the alloys with a 20% aqueous solution of caustic soda in a boiling water bath for 1 hour. The main hydrogenated compound is the five-membered cyclic aldehyde of furan series – furfural.

Experiments on the hydrogenation of furfural on suspended catalysts were carried out in a special autoclave with a capacity of 250 cm³ with vigorous stirring of the reaction medium. The washed catalyst together with an aqueous solution of furfural was loaded into the reactor.

Then the reactor was purged with hydrogen and sealed. The process of hydrogenation of furfural was controlled by sampling after 10 minutes. The duration of most experiments was 60 minutes. Reaction conditions varied over wide limits: temperature 40-120 °C, hydrogen pressure 4-12 MPa.

200 cm³ of a 10% aqueous solution of freshly distilled furfural were used for hydrogenation. The amount of catalyst is 0.45 g. The catalyst activity was evaluated by the reaction rate (W) of hydrogenation, expressed in g of furfuryl alcohol (PS) per 1 g of catalyst per 1 hour (W, g / g·hour).

Analysis of the products of furfural hydrogenation was performed by gas-liquid chromatography on a Chromo-4 chromatograph with a flame ionization detector. Polyethylene glycol-6000 was used as the stationary phase, and the inert solid carrier was a chromatone with granule size of 0.10-0.25 mm.

The quantitative composition of the products was determined by peak area using correction factors.

3. Results and Discussion

In this section, was studied the catalytic activity of skeletal copper (70% Al) catalysts with the additives of FMO, FMn, FMO, and FMn in the reaction of furfural hydrogenation under conditions of a wide variations of technological parameters. The results of the experiments are presented in table 1 and figure 1.

From the data table 1 it can be seen that hydrogenation of furfural on skeletal copper (70% Al) catalysts with the additives of ferroalloys is carried out selectively to ferroalloys, the rate of formation of which essentially depends on both the nature and the content of modifying ferroalloys.

Table 1 – The results of hydrogenation of furfural on skeletal copper (70% Al) catalysts with the additives of ferroalloys. Conditions: 200 cm³ of a 10% aqueous solution of furfural; 6 MPa, 0.45 g of catalyst

Additive, weight %	t, °C	W, $\frac{g}{g \cdot h}$	K, h ⁻¹	E _a , kJ/ mole
1	2	3	4	5
Cu(70%Al)	90 120	5.4 25.7	0.904 4.2751	58.9
1,0-10%FMo	60 90 120	27.3-29.4 34.1-35.3 42.0-44.6	11.2534-12.1310 16.6468-17.2530 24.4395-25.9346	14.0 18.4
1,0-10%FMn	60 90 120	21.4-27.7 28.3-33.8 38.4-45.0	3.5878-4.6126 4.7084-5.6311 6.4034-6.8411	25.8 28.9
+3%FMo +1-10% FMn	60 90 120	34.8-31.3 40.2-39.0 49.0-48.1	16.9775-17.5288 23.3882-22.6660 34.7815-34.0602	12.2 18.0

So, the addition of 1÷10% FMo or FMn, simultaneously 3% FMo and 1÷10% FMn in Cu-70% Al the alloy increase the rate of hydrogenation of furfural at 90 °C and 6 MPa, respectively, 6.3-8.1; 5.2-6.8 and 7.4-8.1 times. Cu-5% FMo, Cu-7% FMn, Cu-3% FMo-5% FMn catalysts are most active. The magnitude of the apparent ($E_{seeming}$) Activation energy of the hydrogenation process on promoted catalysts in the range of 60-900C ranges from 11.3-12.7 kJ / mol (on Cu-FMo catalysts), 20.9-22.8 kJ / mol (on Cu-FMn contacts) and 8.8-13.3 kJ / mol (on Cu-FMo-FMn catalysts), and in the range of 90-1200C - 13.4-16.0 kJ / mol (on Cu-FMo and Cu-3% FMo-FMn contacts), 25.0-26.0 kJ / mol (on Cu-FMn catalysts), and it mainly decreases with increasing activity of the catalysts. In general, modifying ferroalloys lower the activation energy of hydrogenation. In terms of $E_{seeming}$ it can be judged that the reaction is mainly limited by the activation of furfural on the surface. In fig. 1 graphic dependences of the rate of hydrogenation of furfural at 90 °C and 6 MPa on skeletal copper (70% Al) catalysts on the nature and content of ferroalloys in Cu-70% Al alloys are presented. From fig.1 it is seen that the curves of the rate of hydrogenation of furfural pass through the maxima corresponding to 5% FMo or 7% FMn, 3% FMo and 5% FMn.

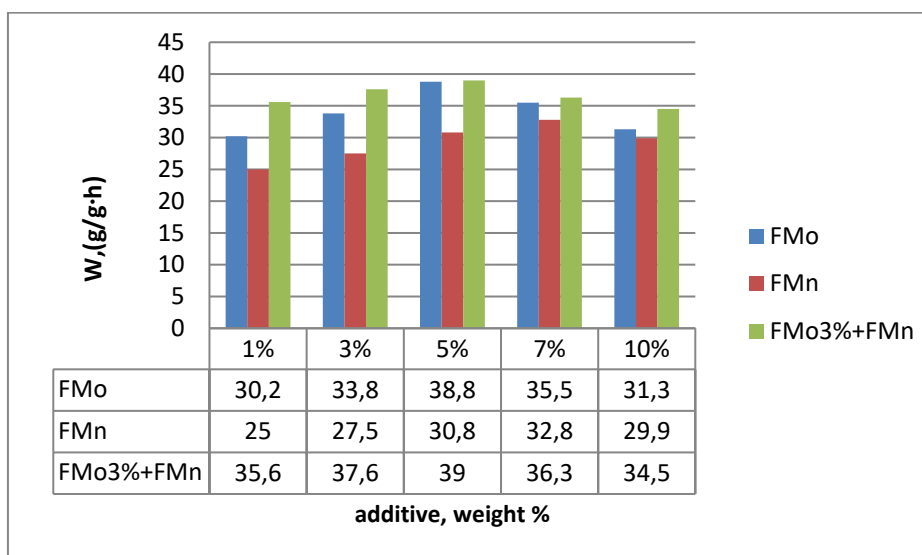


Figure 1 – Dependence of the rate of hydrogenation of furfural at 900 °C and 6 MPa on the content of FMo (•), FMn (x), FMo and FMn (Δ) in copper alloys.

The promoting effect of FMo and FMn is due to the formation in alloys of new MeAl_3 compounds, inclusions and eutectoids, which non-alkaline states are part of leached catalysts. Modifying ferroalloys crush crystals of skeletal copper (70% Al), increase the specific surface, the concentration of the fraction of particles with $r_{\text{max.}} = 1 \text{ } \mu\text{m}$, the pore volume and effective radii, the sorption capacity of catalysts for hydrogen.

They reduce the energy of the $\text{K}^{\sigma+}-\text{H}^{\sigma-}$ energy bond, which has a positive effect on the activity of skeletal copper (70% Al) in the reaction of selective hydrogenation of furfural to furfuryl alcohol.

The increase in the rate of hydrogenation from the content of alloying ferroalloys in the alloys is apparently due to the presence of their components in the alloy of the intermetallic compound CuAl_2 , eutectic (Al + CuAl_2), non-leached compounds, inclusions.

The decrease in the activity of catalysts after maximum is associated with the formation of new compounds, inclusions, eutectoids, which are included in catalysts in undiluted states, increasing the particle size and thereby reducing the specific surface and the total number of active centers on the surface. The studied multicomponent copper (70% Al) catalysts with the addition of ferroalloys, according to their increasing activity, are arranged in a row: Cu-70% Al < Cu-FMn < Cu-3% FMo < Cu-FMo + FMn. This series approximately corresponds to an increase in the sorption capacity for hydrogen and the specific surface of the studied catalysts.

4. Conclusion

Thus, we have identified a certain dependence of the activity of the catalysts developed by us on their physicochemical properties. Comparison of the selectivity with data of granulometric composition and parameters of the porous structure shows that catalysts with an average particle diameter of 0.3-0.4 μm and a pore volume of 0.04-0.05 cm^3 / g with an effective radius of 28-31 Å turned up most favorable for saturation $> \text{C} = \text{O}$ – bond conjugated with a furan ring.

It was determined that the selectivity and stability of the catalysts depend on the binding energy of the adsorbed hydrogen. A significant weakening of the strengths and an increase in the volume of weakly adsorbed H_2 in promoted catalysts causes a violation of their (PS) selectivity. Modifying additives, which are included in the catalysts in the form of oxides, undiluted intermetallides, enrich the leaching products of relatively strongly adsorbed forms of H_2 , which ensures high stability of contacts during long-term operation.

The activity and stability of the catalysts increase in the following sequence: $\text{Cu-70\% Al} < \text{Cu-FMn} < \text{Cu-3\% FMo} < \text{Cu-FMo} + \text{FMn}$. The selectivity of the process in this series increases in the reverse order.

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

ПРОМОТРИЛЕНГЕН ҚАҢҚАЛЫҚ МЫС КАТАЛИЗАТОРЛАРЫНДА ФУРФУРОЛДЫҢ СУТЕКТЕНДІРУІ

Кедельбаев Б.Ш.¹, Туртабаев С.К.², Лаханова К.М.², Шитыбаев С.А.^{2}, Амирбек А.Б.²*

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

²Ө.Жәнібеков атындағы Оңтүстік Қазақстан педагогикалық университеті, Шымкент, Қазақстан

*E-mail: shitibaev.serikbek@mail.ru

Түйіндемe: *Kіріспе.* Фурфурол — фуран қатарының бес мүшелі гетероциклді альдегиді, ол биомассадан алынатын маңызды қосылыс болып табылады. Оның гидрлену өнімі — фурфурил спирті — көптеген өнеркәсіптік салаларда қолданыс табады. Фурфуролды селективті гидрлеу тиімді каталитикалық процестерді жасауға үлкен қызығушылық тудырып отыр. Бұл зерттеуде фурфуролды гидрлеу процесінде ферроқоспалармен модификацияланған қорытпалы мыс катализаторларына ерекше назар аударылды. *Жұмыстың мақсаты* фурфуролды фурфурил спиртіне селективті түрде гидрлеу процесін жасау. Ғалымдар ферроқоспалармен күшейтілген, белсенділігі жоғары, алюминий мен мыс қорытпасынан жасалған, суспензия түріндегі катализаторларды әзірледі. Атап айтқанда, құрамында 70% алюминий бар қаңқалық мыс катализаторлары дайындалып, оларға ферромолибден (FMo) және ферромарганец (FMn) қосынды түрінде енгізілді. Каталитикалық белсенділік әртүрлі технологиялық жағдайларда фурфуролдың гидрленуін бақылау арқылы зерттелді. *Нәтижелер мен талқылау.* FMo мен FMn-ның күшейткіш әсері қорытпаларда жаңа MeAl_3 қосылыстарының, қосындылардың және эвтектондтардың түзілуімен байланысты екені анықталды. Олар сілтісіз күйінде шайылған катализаторлардың құрамында сақталады. Зерттелген көп компонентті мыс катализаторлары арасында белсенділіктің өсу тәртібі келесідей болды: $\text{Cu-70\% Al} < \text{Cu-FMn} < \text{Cu-3\% FMo} < \text{Cu-FMo} + \text{FMn}$. *Қорытынды.* Зерттеу нәтижесінде ферроқоспалармен, әсіресе FMo мен FMn комбинациясымен күшейтілген қорытпалы мыс катализаторлары фурфуролды фурфурил спиртіне селективті түрде гидрлеу процесінде жоғары каталитикалық белсенділік пен селективтілік көрсететіні дәлелденді. Бұл

нәтижелер биомассадан алынатын химиялық қосылыстардың тиімді түрленуін қамтамасыз ететін катализаторлық жүйелерді дамытуға өз үлесін қосады.

Түйінді сөздер: сутектендіру, фурфурол, фурфурилді спирт, процесс, құйма, катализатор, промотирлеу.

<i>Кедельбаев Бахытжан Шилмирзаевич</i>	<i>Техника ғылымдарының докторы</i>
<i>Туртабаев Сарсенбек Койшабаевич</i>	<i>Техника ғылымдарының докторы</i>
<i>Лаханова Құлзада Мергенбаевна</i>	<i>Ауыл шаруашылық ғылымдарының докторы</i>
<i>Шитыбаев Серикбек Алтынбекович</i>	<i>Химия ғылымдарының кандидаты</i>
<i>Әмірбек Арайлым Бауыржанқызы</i>	<i>Педагогика ғылымдарының магистрі</i>

ГИДРИРОВАНИЕ ФУРФУРОЛА НА ПРОМОТИРОВАННЫХ СКЕЛЕТНЫХ МЕДНЫХ КАТАЛИЗАТОРАХ

Кедельбаев Б.Ш.¹, Туртабаев С.К.², Лаханова К.М.², Шитыбаев С.А.^{2}, Амирбек А.Б.²*

¹Южно-Казахстанский исследовательский университет им.М.Ауезова, Шымкент, Казахстан

²Южно-Казахстанский педагогический университет им.Ө.Жәнібеков, Шымкент, Казахстан

*E-mail: shitiybaev.serikbek@mail.ru

Резюме. Введение. Фурфурол — это пятичленный гетероциклический альдегид фуранового ряда, представляющий собой важное соединение, получаемое из биомассы. Продукт его гидрирования — фурфуриловый спирт — широко используется в промышленности. Селективное гидрирование фурфурола вызывает интерес в контексте разработки эффективных каталитических процессов. В настоящем исследовании внимание уделено легированным медным катализаторам, модифицированным ферросплавами. *Цель и задачи.* Основная цель данной работы — разработать процесс селективного гидрирования фурфурола до фурфурилового спирта. *Методология.* Исследователи разработали высокоактивные суспензированные легированные катализаторы на основе оксида алюминия и меди с добавлением ферросплавов в качестве промоторов. Были приготовлены каркасные медные катализаторы с содержанием алюминия 70% и добавками ферромолибдена (FМо) и ферромарганца (FMn). Каталитическая активность исследовалась при различных технологических условиях путём мониторинга реакции гидрирования фурфурола. *Результаты и обсуждение.* Установлено, что усиливающее действие FМо и FMn связано с образованием новых соединений MeAl₃, включений и эвтектидов в сплавах, которые сохраняются в некалийной форме в выщелоченных катализаторах. Среди исследованных многокомпонентных медных катализаторов активность возрастала в следующем порядке: Cu-70% Al < Cu-FMn < Cu-3% FМо < Cu-FМо + FMn. *Заключение.* Исследование показало, что легированные медные катализаторы, активированные ферросплавами, особенно комбинацией FМо и FMn, демонстрируют повышенную каталитическую активность и селективность в реакции гидрирования фурфурола до фурфурилового спирта. Эти результаты способствуют разработке более эффективных каталитических систем для превращения соединений, получаемых из биомассы.

Ключевые слова: гидрогенизация, фурфурол, фурфуриловый спирт, процесс, сплав, катализатор, промотирование.

<i>Кедельбаев Бахытжан Шилмирзаевич</i>	<i>Доктор технических наук</i>
<i>Туртабаев Сарсенбек Койшабаевич</i>	<i>Доктор технических наук</i>
<i>Лаханова Құлзада Мергенбаевна</i>	<i>Доктор сельскохозяйственных наук</i>
<i>Шитыбаев Серикбек Алтынбекович</i>	<i>Кандидат химических наук</i>
<i>Амирбек Арайлым Бауыржановна</i>	<i>Магистр педагогических наук</i>

References

1. Yang P., Kobayashi H., Fukuoka A. Recent Developments in the Catalytic Conversion of Cellulose into Valuable Chemicals. *Chinese J. Catalysis*, **2011**, Vol. 32, No. 5, 716-722. DOI: [10.1016/s1872-2067\(10\)60232-x](https://doi.org/10.1016/s1872-2067(10)60232-x) (In Eng)
2. Huber G.W., Iborra S., Corma A. Synthesis of transportation fuels from biomass: Chemistry, catalysts, and engineering. *Chem. Rev.*, **2006**, Vol. 106, 4044-4098. DOI: [10.1021/cr068360d](https://doi.org/10.1021/cr068360d) (In Eng)
3. Corma A., Iborra S., Velty A. Chemical routes for the transformation of biomass into chemicals. *Chem. Rev.*, **2007**, Vol. 107, 2411-2502. <https://doi.org/10.1021/cr050989d> (In Eng)
4. Binder J.B., Raines R.T. Simple chemical transformation of lignocellulosic biomass into furans for fuels and chemicals. *J. Am. Chem. Soc.*, **2009**, Vol. 131, 1979-1985. DOI: [10.1021/ja808537j](https://doi.org/10.1021/ja808537j) (In Eng)
5. Lakhanova K.M., Kedelbaev B.S., Makhatov Z.B., Lieberzeit P., Begaliev, B.S., Rysbayeva G.A., Ibraimova, Z.K. Development of technology for producing sorbitol from wheat straw cellulose. *News Natl. Acad. Sci. Repub. Kazakhstan, Ser. Geol. Tech. Sci.*, **2018**, Vol. 4, 46-50. ID: WOS:000450803000005 (In Eng)
6. Shittu A.A. Catalytic conversion of hemicellulosic sugars into furfural in ionic liquid media. PhD Thesis, *The Univ. Toledo*. **2010** (In Eng)
7. Tong X., Ma Y., Li Y. Biomass into chemicals: Conversion of sugar to furan derivatives by catalytic processes. *Appl. Catal. A, Elsevier*, **2010**, Vol. 385, 1-13. DOI: [10.1016/j.apcata.2010.06.049](https://doi.org/10.1016/j.apcata.2010.06.049) (In Eng)
8. Xu W., Xia Q., Zhang Y., Guo Y., Wang Y., Lu G. Effective Production of Octane from Biomass Derivatives under Mild Conditions. *ChemSusChem*, **2011**, Vol. 4, No.12, 1758-1761. DOI: [10.1002/cssc.201100361](https://doi.org/10.1002/cssc.201100361) (In Eng)
9. Technology Roadmap, Biofuels for Transport, OECD/IEA, Paryż 2011. (In Eng)
10. Wilk K.A., Syper L., Burczyk B. Synthesis and surface properties of new dicephalic saccharide-derived surfactants. *J. Surfactants Deterg.*, **2000**, Vol. 3, No.2, 185-192. DOI: [10.1007/s11743-000-0124-1](https://doi.org/10.1007/s11743-000-0124-1) (In Eng)
11. R. He, X.P. Ye, B.C. English, J.A. Satrio. Influence of pyrolysis condition on switchgrass bio-oil yield and physicochemical properties. *Bioresour. Technol.*, **2009**, Vol.100, No.21, 5305-5311. DOI: [10.1016/j.biortech.2009.02.069](https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.02.069) (In Eng)
12. J. Adam, M. Blazso, E. Meszaros, M. Stocker, M.H. Nilsen, A. Bouzgac, J.E. Hustada, M. Gronli, G. Oyed. Pyrolysis of biomass in the presence of Al-MCM-41 type catalysts. *Fuel*, **2005**, Vol. 84, No 12-13, 1494-1502. DOI: [10.1016/j.fuel.2005.02.006](https://doi.org/10.1016/j.fuel.2005.02.006) (In Eng)
13. A.H. Demirbas, I. Demirbas. Importance of rural bioenergy for developing countries. *Energy Convers. Manag.*, **2007**, Vol. 88, No.8, 2386-2398. DOI: [10.1016/j.enconman.2007.03.005](https://doi.org/10.1016/j.enconman.2007.03.005) (In Eng)
14. C.A. Fisk, T. Morgan, Y. Ji, M. Crocker, C. Crofcheck, S.A. Bio-oil upgrading over platinum catalysts using in situ generated hydrogen. *Lewis Appl. Catal. A: General*, vol. 358, no. 2, 150-156. DOI: [10.1016/j.apcata.2009.02.006](https://doi.org/10.1016/j.apcata.2009.02.006) (In Eng)
15. F.M. Mercader, M.J. Groeneveld, S.R.A. Kersten, N.W.J. Way, C.J. Schaverien, J.A. Hogendoorn. Production of advanced biofuels: Co-processing of upgraded pyrolysis oil in standard refinery units. *Appl. Catal. B: Environmental*, **2010**, Vol. 96, 57-66 DOI: [10.1016/j.apcatb.2010.01.033](https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2010.01.033) (In Eng)
16. Salnikova K.E., Matveeva V.G., Larichev Y.V., Bykov A.V., Demidenko G.N., Shkileva I.P., Sulman M.G. The liquid phase catalytic hydrogenation of furfural to furfuryl alcohol. *Catal. Today*, **2019**, Vol. 329, 142-148. DOI: [10.1016/j.cattod.2018.12.036](https://doi.org/10.1016/j.cattod.2018.12.036) (In Eng)
17. S. Sithisa, T. Sooknoi, Y. Ma, P. B. Balbuena, D.E. Resasco. Kinetics and mechanism of hydrogenation of furfural on Cu/SiO₂ catalysts. S. Sithisa et al. *J. Catal.*, **2011**, Vol. 277, 1-13. DOI: [10.1016/j.jcat.2010.10.005](https://doi.org/10.1016/j.jcat.2010.10.005) (In Eng)

SYNTHESIS, STRUCTURE AND LABORATORY SCREENING OF GROWTH-STIMULATING, HERBICIDAL AND FUNGICIDAL ACTIVITIES OF DITHIOCARBOMATE AND ITS THIOANHIDRIDES BASED ON 2-OXOPYRROLIDINE

Ye.S. Sycheva^{1*}, N.M. Otep^{1,2}, M.S. Mukanova^{1,3}

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

²Kazakh-British Technical University, Almaty, Kazakhstan

³Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

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

Abstract. *Introduction.* The search for new and effective plant growth stimulants and chemical plant protection agents remains a pressing issue in modern agrochemistry. *This study aimed to synthesize dithiocarbamate and its thioanhydrides based on pyrrolidin-2-one and evaluate their potential as plant growth regulators, herbicides and fungicides. Results and Discussion:* Sodium dithiocarbamate based on 2-oxopyrrolidine and its butyric and benzoic 2-oxopyrrolidine-1-carbothioic thioanhydrides was synthesized with yields of 84%, 88%, and 67%, respectively. The structures of the synthesized compounds were established based on the analysis of elemental data, IR spectroscopy, ¹H and ¹³C NMR spectroscopy data. Primary laboratory screening for growth-stimulating, herbicidal, and fungicidal activity was carried out. *Conclusion:* High germination rates were observed when wheat seeds were treated with sodium 2-oxopyrrolidine-1-carbodithioate at a concentration of 100 mg/l, resulting in 90% laboratory germination compared to 70% in the control and 80% with treatment by the standards KN-2 and AN-16. Phytotoxicity assays demonstrated that compound 1, at concentrations of 0.01-1 mg/ml, did not negatively affect the sowing qualities of Agrostis and Lactuca seeds and instead promoted intensive growth. Furthermore, sodium dithiocarbamate and its thioanhydrides exhibited fungicidal activity comparable to the standard tetramethylthiuram disulfide (TMTD). The infection rate of wheat and barley seeds by phytopathogenic fungi in the untreated control was 100% and 77.3%, respectively. In contrast, treatment with compounds 1-3 at 0.001-0.1% reduced infection to 12.6-26% for wheat and 7.3-16% for barley, compared to 0.4% and 2.6% with TMTD.

Key words: 2-oxopyrrolidine, dithiocarbamate, thioanhydrides, growth-stimulating, herbicidal and fungicidal activity.

Sycheva Yelena Sergeyevna*

Candidate of Chemical Sciences, e-mail:
yelena-sycheva@yandex.kz

Otep Nazymgul Meyramkyzy

Master student, e-mail: nazimgyl5@gmail.com

Mukanova Meruyert Sissenbekovna

Candidate of Chemical Sciences, e-mail:
chem_mukan@mail.ru

Citation: Sycheva E.S., Otep N.M., Mukanova M.S. Synthesis, structure and bioscreening of growth-stimulating, herbicidal and fungicidal activities of dithiocarbamate and its thioanhydrides based on 2-pyrrolidone. *Chem. J. Kaz.*, 2025, 2(90), 111-121. DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.27>

1. Introduction

Among the diverse range of nitrogen-containing heterocyclic compounds that play a pivotal role in various domains of human activity, the class of pyrrolidone and its derivatives has attracted considerable scientific interest. A key factor contributing to the increased attention to the pyrrolidone scaffold is its incorporation into a number of pharmacologically active compounds, including hemodesis, enterodesis, levetiracetam, rolipram, among others.

In recent years, significant efforts have been directed toward the development of anticancer agents containing the pyrrolidone core, targeting various malignancies such as breast [1], colorectal (HCT116) [2], hepatic (SMMC-7721), and cervical (HeLa) cancers [3]. Furthermore, numerous pyrrolidone-based compounds have demonstrated a broad spectrum of biological activities, including antibacterial [4], antifungal [5], growth-stimulating, herbicide [6], antihypertensive [7], anticonvulsant [8], antiarrhythmic [9], and neuroprotective properties, notably in the context of Alzheimer's disease [10].

A critical analysis of the available literature reveals a marked scarcity of thioanhydride derivatives within this class of compounds. In light of this observation, the present study aims to synthesize novel thioanhydrides of dithiocarbamic acids derived from 2-oxopyrrolidine and to assess their potential as plant growth regulators and chemical agents for crop protection.

2. Experimental part

The reaction control and product purity were monitored by thin-layer chromatography (TLC) on Silufol UV-254 plates, with spot visualization performed using iodine vapor. The eluent consisted of a mixture of ethanol and acetone/hexane (1/4). Infrared (IR) spectra were recorded on a Nicolet 5700 FTIR spectrometer using KBr pellets and thin-layer films. Melting points were determined with a Hanon MP450 apparatus. The ^1H and ^{13}C nuclear magnetic resonance (NMR) spectra were recorded on a JNM-ECA 400 spectrometer (JEOL), operating at 400 MHz for ^1H and 100 MHz for ^{13}C , using deuterated CDCl_3 and $\text{DMSO}-d_6$ as solvents. Elemental analysis was performed with a THERMO FlashSmart CHNS/O elemental analyzer (USA, 2024).

Sodium 2-oxopyrrolidine-1-carbodithioate (1). A solution of 2.35 g (0.058 mol) of sodium hydroxide in 5 ml of water was added to a solution of 5.0 g (0.058 mol) of pyrrolidin-2-one in 30 ml of alcohol. Then, a solution of 4.47 g (0.058 mol) of carbon disulfide was added dropwise and stirred at room temperature. Upon complete addition of carbon disulfide, the reaction mixture was stirred at room temperature for an additional 4 hours. The solvent was then removed under reduced pressure using a water-jet vacuum pump, and the resulting solid was purified by recrystallization from acetonitrile. Yield 9.1 g (84 %), R_f 0.71 (ethanol). Found, %: C 32.66; H 3.21; N 7.57; O 8.67; S 35.12. $\text{C}_5\text{H}_6\text{NNaOS}_2$. Calculated, %: C 32.78; H 3.30; N 7.64; Na 12.55; O 8.73; S 35.00. IR spectra (KBr), ν , cm^{-1} : 675 (C–S), 1045 (C=S), 1673 (C=O). NMR ^1H spectra (CDCl_3), δ , ppm: 1.92–2.00 (m, 2H, CH_2 , pyrrolidone); 2.27 (t, 2H, CH_2 , pyrrolidone); 3.26

(t, 2H, CH₂, pyrrolidone). NMR ¹³C spectra (CDCl₃), δ, ppm: 20.5 (CH₂, pyrrolidone); 30.4 (CH₂C=O, pyrrolidone); 42.8 (CH₂N-, pyrrolidone); 181.3 (C=O); 203.3 (C=S).

Butyric 2-oxopyrrolidine-1-carbothioic thioanhydride (2). A solution of 1.3 g (0.012 mol) of butyryl chloride was added dropwise to a stirred solution of 2 g (0.012 mol) sodium 2-oxopyrrolidine-1-carbodithioate in 25 ml of chloroform. The reaction mixture was stirred at room temperature (22 °C) for 2 hours. The solvent was then removed under reduced pressure using a water-jet vacuum pump, and the resulting product was purified by recrystallization from hexane. Yield 2.47 g (88%), R_f 0.34 (acetone/hexane, 1/4). Found, %: C 46.65; H 5.59; N 5.97; O 13.90; S 27.81. C₉H₁₃NO₂S₂. Calculated, %: C 46.73; H 5.66; N 6.05; O 13.83; S 27.72. IR spectra, ν, cm⁻¹: 688 (C–S), 1057 (C=S), 1711 (2 C=O, widened st.). NMR ¹H spectra (DMSO-*d*₆), δ, ppm: 0.85 (t, 3H, CH₃); 1.45-1.53 (m, 2H, CH₂); 1.92-1.98 (m, 2H, CH₂, pyrrolidone); 2.07 (t, 2H, CH₂, pyrrolidone); 2.15 (t, 2H, CH₂); 3.20 (t, 2H, CH₂, pyrrolidone). NMR ¹³C spectra (DMSO-*d*₆), δ, ppm: 13.9 (CH₃); 18.3 (CH₂, pyrrolidone); 20.7 (CH₂); 30.2 (CH₂C=O, pyrrolidone); 43.9 (CH₂N-, pyrrolidone); 45.5 (CH₂CO); 174.8, 178.0 (C=O); 204.2 (C=S).

Benzoic 2-oxopyrrolidine-1-carbothioic thioanhydride (3) was synthesized by an analogous procedure. Yield 2.22 g (67%), R_f 0.52 (acetone/hexane, 1/4). Found, %: C 54.41; H 4.11; N 5.33; O 12.12; S 24.24. C₁₂H₁₁NO₂S₂. Calculated, %: C 54.32; H 4.18; N 5.28; O 12.06; S 24.17. IR spectra, ν, cm⁻¹: 715 (C–S), 1070 (C=S), 1704 (2 C=O, widened st.). NMR ¹H spectra (DMSO-*d*₆), δ, ppm: 1.92-1.98 (m, 2H, CH₂, pyrrolidone); 2.06 (t, 2H, CH₂, pyrrolidone); 3.19 (t, 2H, CH₂, pyrrolidone); 7.51 (t, 1H, CH, Ar); 7.62 (t, 1H, CH, Ar); 7.94 (d, 1H, CH, Ar). NMR ¹³C spectra (DMSO-*d*₆), δ, ppm: 20.8 (CH₂, pyrrolidone); 30.3 (CH₂C=O, pyrrolidone); 41.8 (CH₂N-, pyrrolidone); 127.5, 129.0, 129.7, 131.1, 133.3 (Ar); 167.7, 177.6 (C=O); 203.0 (C=S).

Preliminary laboratory evaluation of the synthesized compounds for growth-stimulating, herbicidal and fungicidal activities.

Growth-stimulating activity. The growth-stimulating activity of the synthesized compounds was assessed using wheat seeds. Experimental groups consisted of 10 seeds per replicate, with three replicates per treatment. The duration of the experiment ranged from 3 to 9 days. Seeds were pre-soaked in the test solutions for 8 hours and subsequently placed in Petri dishes lined with a sterile, four-layer gauze pad. Germination was conducted at an ambient temperature of 21-23 °C.

The experimental scheme included the following treatment groups:

1. Control: distilled water. 2. Standards: Akpinol KN-2 and AN-16 at concentrations of 10, 50, 100, and 200 mg/l. 3. Test sample: Compound 1 at concentrations of 10, 50, 100, and 200 mg/l.

Herbicidal activity. Herbicidal properties were evaluated using seeds of bent grass (*Agrostis* spp.) and lettuce (*Lactuca sativa*). Seeds were placed in 24-well plates, and the experiment was conducted over a 7-day period. Phytotoxic effects

were assessed based on visual indicators such as inhibition of root and shoot development and general plant morphology.

The experimental groups were as follows:

1. Standard: 2,4-dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) at concentrations of 0.01, 0.03, 0.1, 0.3, 0.5, and 1.0 mg/ml. 2. Test sample: Compound 1 at the same concentrations as the standard.

Fungicidal Activity. Fungicidal efficacy was examined on wheat and barley seeds, with three replicates of 50 seeds per treatment. The experiment lasted 3-7 days. Activity was assessed based on the degree of microbial growth, the number of infected seeds, seed germination energy, and overall germination rate.

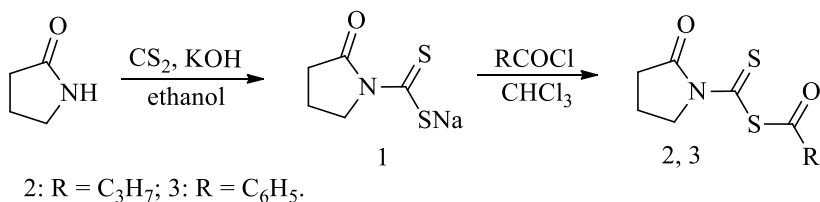
The experimental scheme included:

1. Control: distilled water. 2. Standard: tetramethylthiuram disulfide (TMTD) at a concentration of 0.04%. 3. Test samples: Compounds 1-3 at concentrations of 0.001%, 0.01%, and 0.1%.

3. Results and discussion

Heterocyclic sodium dithiocarbamate was synthesized by the reaction of a heterocyclic amine (2-oxopyrrolidine) with carbon disulfide in the presence of sodium hydroxide in ethanol at room temperature.

The subsequent acylation of sodium 2-oxopyrrolidine-1-carbodithioate was performed by its reaction with aliphatic (butyryl) and aromatic (benzoyl) acid chlorides in chloroform at room temperature, yielding the corresponding thioanhydrides.



As a result of the synthesis, sodium dithiocarbamate and its thioanhydrides were obtained with yields ranging from 67% to 88%, respectively.

The composition and individuality of the synthesized sodium dithiocarbamate 1 and its thioanhydrides 2, 3 were confirmed by elemental analysis, thin-layer chromatography and physicochemical characteristics. The structure of compounds 1-3 were established based on the analysis of IR and NMR ¹H, ¹³C spectroscopy data.

In the IR spectra of compounds 1-3, absorption bands corresponding to the stretching vibrations of the C–S group are observed in the range ν 675-715 cm⁻¹, along with stretching vibrations of the C=S bond in the region ν 1045-1070 cm⁻¹. In the IR spectrum of compound 1, an intense absorption band of the C=O group appears at ν 1673 cm⁻¹. In the IR spectra of compounds 2 and 3, a broadened

absorption band in the regions ν 1711 and ν 1704 cm^{-1} , respectively, corresponds to the C=O group, indicating the formation of thioanhydrides.

In the ^1H NMR spectra of compounds 1-3, the chemical shifts in the upfield region δ 1.92-2.00 ppm, δ 2.06-2.27 ppm, and δ 3.19-3.26 ppm are attributed to the protons of the pyrrolidine ring. The ^1H NMR spectrum of compound 2 shows characteristic signals in the upfield region, corresponding to the protons of the methyl and methylene groups at δ 0.85, δ 1.49, and δ 2.15 ppm. In the ^1H NMR spectrum of compound 3, the downfield region reveals the signals of the phenyl group protons at δ 7.51, δ 7.62, and δ 7.94 ppm.

The ^{13}C NMR spectra confirm the structure of compounds 1-3 by the presence of corresponding chemical shifts. The cyclic carbon atoms of the pyrrolidine ring resonate in the strong field region at δ 18.3-20.8, 30.2-30.4, and 41.8-43.9 ppm. The ^{13}C NMR spectrum of compound 2 exhibits the following signals for the carbon atoms of the methyl and methene groups at δ 13.9, 18.3 and 45.5 ppm. The aromatic carbon signals in the ^{13}C NMR spectrum of compounds 3 appear in the downfield region at δ 127.3-133.3 ppm. The signals of the carbon atoms of the C=O and C=S groups in compound 1 are observed at δ 181.3 ppm and δ 203.3 ppm, respectively. The signals for the C=O carbon atoms in compounds 2 and 3 appear at δ 174.8, 178.0 and δ 167.7, 177.6 ppm, respectively, while the signal for the C=S carbon atom is located at δ 204.2 and 203.0 ppm.

As a result of the laboratory experiment investigating growth-stimulating activity, it was found that sodium dithiocarbamate 1 had a positive effect on the growth and development of wheat seeds (Figure 1).

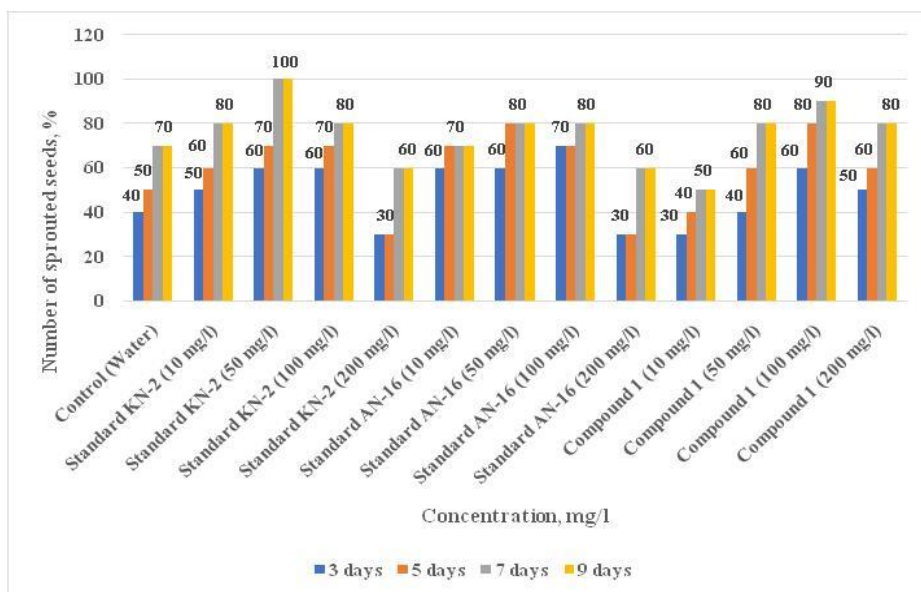


Figure 1 – The effect of compound 1 on the germination of wheat seeds at concentrations of 10-200 mg/l

From the graph data (Figure 1), it can be observed that compound 1 exhibited good activity on the germination of wheat seeds, with the concentration of the solution influencing both germination energy and overall germination.

A high germination rate was achieved when treating with compound 1 at a concentration of 100 mg/l, with laboratory germination of wheat reaching 90% on the seventh and ninth days. For the standard substances, KN-2 and AN-16, germination rates were 80% and 80%, respectively. Increasing the concentration to 200 mg/l led to a decrease in seed germination and growth development, with germination rates for the standards KN-2 and AN-16 dropping to 60%, and for compound 1, to 80%.

The phytotoxic (herbicidal) activity of sodium 2-oxopyrrolidine-1-carbodithioate (compound 1) was evaluated under laboratory conditions using the seeds of *Agrostis* (bent grass) and *Lactuca* (lettuce). The results showed that at concentrations ranging from 0.01 to 1 mg/ml, compound 1 did not exhibit herbicidal activity on *Agrostis* seeds, but rather promoted intensive seed growth. However, on *Lactuca* seeds, compound 1 at concentrations of 0.3 to 1 mg/ml inhibited growth by 20%, in contrast to the standard herbicide 2,4-D, which caused a 100% inhibition. At lower concentrations, compound 1 did not exhibit any herbicidal activity (Table 1, Figure 2).

The results of phytotesting of wheat and barley seeds treated with compounds 1-3 at concentrations of 0.001%, 0.01%, and 0.1% showed that in most cases, the number of germinated seeds was comparable to the control and standard groups (Figure 3, 4).

For wheat, at the concentrations of compounds 1-3, the germination energy on the 3rd day ranged from 93.3% to 97.3%, and the laboratory germination ranged from 93.3% to 98%, compared to the control (95.3%) and the TMTD standard (91.3% and 96.0%). The damage caused by phytopathogenic fungi to wheat seeds in the control group (without treatment) was 100%. However, when compounds 1-3 were applied at concentrations of 0.001-0.1%, seed infection was reduced to 12.6%-26%, while the TMTD standard resulted in a 0.6% infection rate.

Table 1 - Herbicidal activity of standard 2,4 D and compound 1 at concentrations of 0.01-1 mg/ml

Variants	Concentration, mg/ml	Inhibition of <i>Agrostis</i> bentgrass seeds, %	Inhibition of lettuce seeds <i>Lactuca</i> , %
2,4 D (standard)	0.01	20	80
	0.03	40	80
	0.1	60	100
	0.3	60	100
	0.5	80	100
	1	100	100
Compound 1	0.01	0	0
	0.03	0	20
	0.1	0	0
	0.3	0	20
	0.5	0	20
	1	0	20

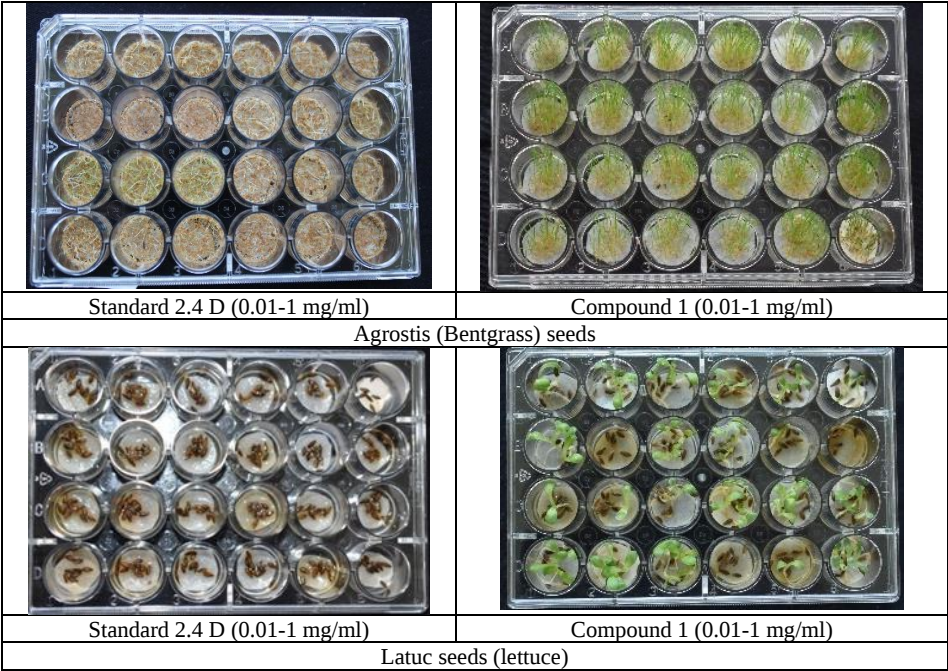


Figure 2 – Herbicidal activity of standard 2,4 D and compound 1 at concentrations of 0.01-1 mg/ml on seeds of Agrostis (bent grass) and Latuc (lettuce).

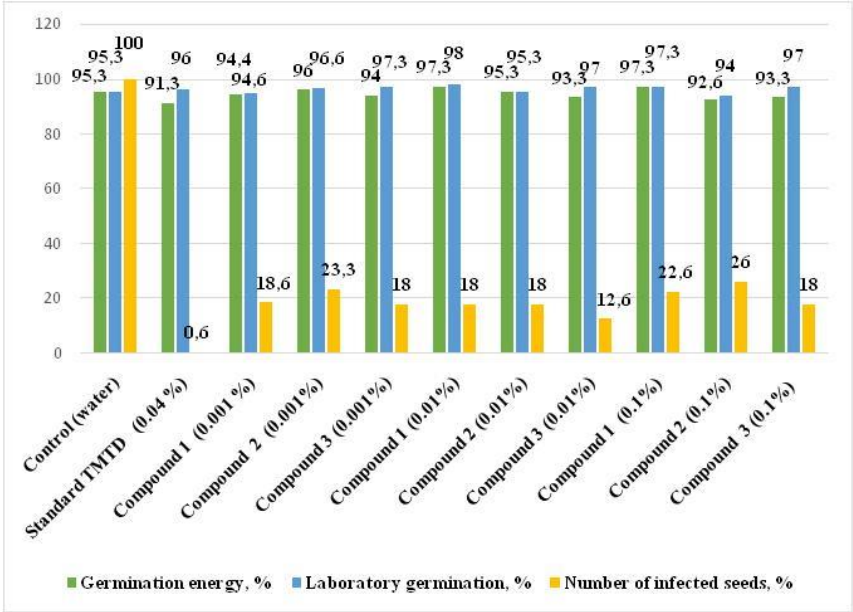


Figure 3 – The effectiveness of treatment with compounds 1-3 on the sowing qualities and microflora of wheat seeds at a concentration of 0.001-0.1%.

In all experimental variants, both the germination energy and laboratory germination were higher than those in the control and standard groups. Additionally, a decrease in fungal and bacterial microflora in barley seeds was observed. Regarding mold fungi (such as *Mucor*, *Alternaria*, *Penicillium*), the highest percentage of damage was observed in the control group (77.3%), while in the TMTD standard, the damage was 2.6%, and in the tested compounds 1-3, the fungal damage ranged from 7.3% to 16%, respectively (Figure 4).

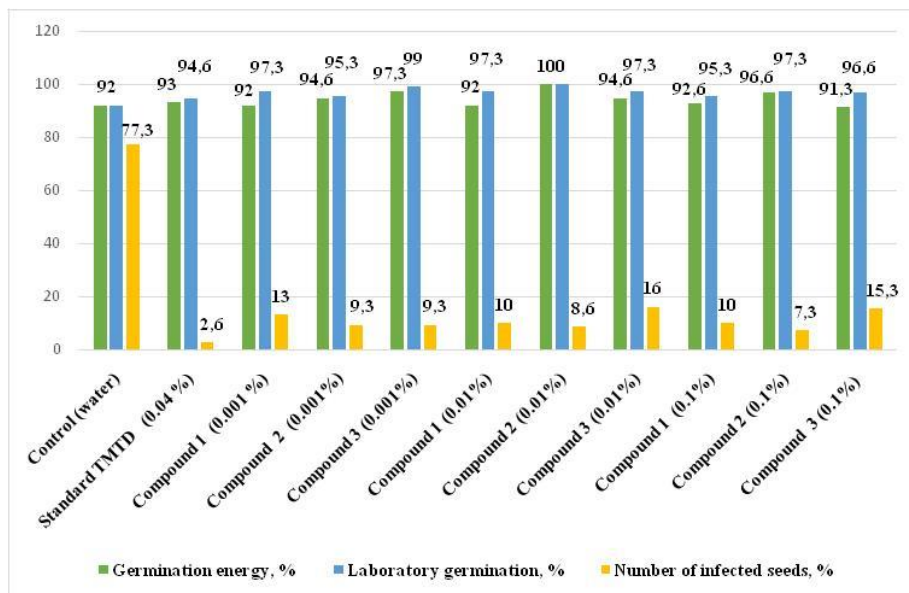


Figure 4 – The effectiveness of treatment with compounds 1-3 on the sowing qualities and microflora of barley seeds at a concentration of 0.001-0.1%.

As shown in Figure 4, compound 2 at a concentration of 0.01% exhibited high laboratory germination of 100% in barley seeds, compared to the control (92.0%) and the TMTD standard (94.6%). The number of affected seeds in compound 2 treatment was 8.6%, whereas in the control (without treatment) it was 73.3%, and with the TMTD standard, it was 2.6%.

4. Conclusion

As a result of the synthesis, a new N-heterocyclic dithiocarbamate and its corresponding thioanhydrides of dithiocarbamic acids based on 2-oxopyrrolidine were obtained. Their structures were confirmed by IR and ^1H , ^{13}C NMR spectroscopy. Laboratory screening demonstrated that the synthesized compounds exhibited no phytotoxicity with respect to the sowing qualities of seeds; on the contrary, they promoted the growth of plant shoots and roots. The study further revealed that the heterocyclic thioanhydrides derived from 2-oxopyrrolidine-based dithiocarbamate possess fungicidal activity and inhibit fungal and bacterial

microflora. Notably, butyric 2-oxopyrrolidine-1-carbothioic thioanhydride showed the highest laboratory germination rate for barley seeds at a concentration of 0.01% (100%), with mold infection limited to 8.6%, compared to untreated seeds (92.0% germination and 77.3% infection) and those treated with the TMTD standard (94.6% germination and 2.6% infection).

Acknowledgments: This work was funded by the Committee of Science of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. BR21882220, «Synthesis and creation of technologies of multifunctional action fertilizers, compositions, preparations and materials for using on desert and degraded lands»). We also thank Institute of Botany and Phytointroduction for growth-stimulating and herbicidal activities, and Kazakh Research Institute of Plant Protection and Quarantine named after Zh. Zhiembraev for fungicidal activity.

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

2-ОКСОПИРРОЛИДИН НЕГІЗІНДЕГІ ДИТИОКАРБАМАТ ЖӘНЕ ОНЫҢ ТИОАНГИДРИДТЕРІНІҢ СИНТЕЗІ, ҚҰРЫЛЫМЫ ЖӘНЕ ӨСУДІ ЫНТАЛАНДЫРАТЫН, ГЕРБИЦИДТІК ЖӘНЕ ФУНГИЦИДТІК БЕЛСЕНДІЛІГІНІҢ БИОСКРИНИНГІ

Е.С. Сычева^{1}, Н.М.Өтен^{1,2}, М.С. Муканова^{1,3}*

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

²Қазақ-Британ техникалық университеті, Алматы, Қазақстан

³Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан

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

Түйіндемe. *Kіріспе.* Жаңа тиімді өсімдіктер өсуін ынталандырғыштар және өсімдіктерді қорғаудың химиялық құралдарын іздеу қазіргі агрохимияның өзекті міндеті болып қала береді. Жұмыстың мақсаты 2-оксопирролидин негізінде дитиокарбамат және оның тиоангидридтерін синтездеу және өсімдіктер өсуін реттегіштер, гербицидтер мен фунгицидтер ретінде олардың әлеуетін бағалау. *Нәтижелер және талқылау.* 2-оксопирролидин негізінде натрий дитиокарбаматы, оның бутил және бензой 2-оксопирролидин-1-карботио тиоангидридтері 84%, 88% және 67% шығыммен синтезделді. Синтезделген қосылыстардың құрылымы элементтік талдау, ИҚ спектрлері, ¹H және ¹³C ЯМР спектроскопиясы деректері негізінде анықталды. Синтезделген қосылыстардың өсуді ынталандырғыш, гербицидтік және фунгицидтік белсенділікке бастапқы зертханалық скринингі жүргізілді. *Қорытынды.* Бидай тұқымын натрий 2-оксопирролидин-1- карбодитиоатымен 100 мг/л концентрациясында өңдеу өнудің жоғары көрсеткіштерін, бақылаумен салыстырғанда 70% және KN-2 және AN-16 стандарттарымен өңдеумен салыстырғанда 80% зертханалық өнгіштік 90% жоғарылағанын көрсетті. Фитоуыттылықты талдау нәтижелері 0.01-1 мг/мл концентрацияда 1 қосылыс *Agrostis* және *Lactuca* тұқымдарының тұқым себу сапасына теріс әсер етпейтінін, керісінше қарқынды өсуіне ықпал ететінін көрсетті. Сонымен қатар, натрий дитиокарбаматы және оның тиоангидридтері тетраметилтиурамдисульфид (ТМТД) стандартымен салыстырғанда фунгицидтік белсенділік көрсетті. Өңделмеген бақылауда бидай мен арпа тұқымдарының фитопатогенді саңырауқұлақтармен зақымдану деңгейі сәйкесінше 100% және 77.3% құрады. Ал ТМТД пайдаланған кезде 0.4% және 2.6% болса, 0.001-0.1% концентрациясында 1-3 қосылыстармен өңдеу бидай үшін 12.6-26% және арпа үшін 7.3-16% дейін зақымдану деңгейін төмендетті.

Түйін сөздер: 2-оксопирролидин, дитиокарбамат, тиоангидридтер, өсуді ынталандыратын, гербицидтік және фунгицидтік белсенділік.

Сычева Елена Сергеевна*	Химия ғылымдарының кандидаты
Өтеп Назымгүл Мейрамқызы	Магистрант
Муқанова Меруерт Сисенбековна	Химия ғылымдарының кандидаты

СИНТЕЗ, СТРУКТУРА И БИОСКРИНИНГ РОСТСТИМУЛИРУЮЩЕЙ, ГЕРБИЦИДНОЙ И ФУНГИЦИДНОЙ АКТИВНОСТИ ДИТИОКАРБАМАТА И ЕГО ТИОАНГИДРИДОВ НА ОСНОВЕ 2-ОКСОПИРРОЛИДИНА

*Е.С. Сычева*¹, Н.М. Өтеп^{1,2}, М.С. Муқанова^{1,3}*

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

²Казахстанско-Британский технический университет, Алматы, Казахстан

³Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан

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

Резюме. Введение. Поиск новых эффективных стимуляторов роста растений и химических средств защиты растений остается актуальной задачей современной агрохимии. *Целью данной работы* являлся синтез дитиокарбамата и его тиоангидридов на основе 2-оксопирролидина и оценка их потенциала в качестве регуляторов роста растений, гербицидов и фунгицидов. *Результаты и обсуждение.* Синтезированы дитиокарбамат натрия на основе 2-оксопирролидина, его бутиловый и бензойный 2-оксопирролидин-1-карботиоевые тиоангидриды с выходами 84%, 88% и 67%, соответственно. Строение синтезированных соединений установлено на основании данных элементного анализа, ИК спектров, спектроскопии ЯМР ¹H и ¹³C. Проведен первичный лабораторный скрининг синтезированных соединений на ростстимулирующую, гербицидную и фунгицидную активность. *Заключение.* Высокие показатели прорастания наблюдались при обработке семян пшеницы 2-оксопирролидин-1-карботиоатом натрия в концентрации 100 мг/л, что привело к 90% лабораторной всхожести по сравнению с 70% в контроле и 80% при обработках стандартами KN-2 и AN-16. Анализ фитотоксичности показал, что соединение 1 в концентрациях 0.01-1 мг/мл не оказывает отрицательного влияния на посевные качества семян *Agrostis* и *Lactuca*, а наоборот способствует интенсивному росту. Кроме того, дитиокарбамат натрия и его тиоангидриды проявили фунгицидную активность, сопоставимую со стандартом тетраметилтиурамдисульфид (ТМТД). Уровень заражения семян пшеницы и ячменя фитопатогенными грибами в необработанном контроле составил 100% и 77,3%, соответственно. Тогда как, обработка соединениями 1-3 в концентрации 0.001-0.1% снизила уровень заражения до 12.6-26% для пшеницы и 7.3-16% для ячменя по сравнению с 0.4% и 2.6% при использовании ТМТД.

Ключевые слова: 2-оксопирролидин, дитиокарбамат, тиоангидриды, ростстимулирующая, гербицидная и фунгицидная активность.

Сычева Елена Сергеевна*	Кандидат химических наук, e-mail: yelena-sycheva@vandex.kz
Өтеп Назымгүл Мейрамқызы	Магистрант, e-mail: nazimgyl5@gmail.com
Муқанова Меруерт Сисенбековна	Кандидат химических наук, e-mail: chem_mukan@mail.ru

References

1. Liu S.-J., Zhao Q., Peng C., Mao Q., Wu F., Zhang F.-H., Feng Q.-S., He G., Han B. Design, synthesis, and biological evaluation of nitroisoxazole-containing spiro[pyrrolidin-oxindole] derivatives as novel glutathione peroxidase 4/mouse double minute 2 dual inhibitors that inhibit breast adenocarcinoma cell proliferation. *Eur. J. Med. Chem.* **2021**, 217, 113359. DOI:10.1016/j.ejmech.2021.113359
2. Muralidharan V.P., Alagumuthu M., Iyer S.K. Iodine catalyzed three component synthesis of 1-((2-hydroxy naphthalen-1-yl)(phenyl)(methyl))pyrrolidin-2-one derivatives: Rationale as potent PI3K inhibitors and anticancer agents. *Bioorg. Med. Chem. Lett.* **2017**, 27, No.11, 2510-2514. DOI:10.1016/j.bmcl.2017.03.093

3. Huang Q.-Y., Zheng Z.-B., Diao Y.-P. Synthesis, characterization and anticancer activity of a Cd(II) complex with *in situ* formation of (*E*)-1-(5-chloro-2-hydroxy-benzylideneamino)-pyrrolidin-2-one ligand. *J. Mol. Struct.* **2015**, *1088*, 118-122. DOI: 10.1016/j.molstruc.2015.02.022

4. Geesi M.H., Ouerghi O., Dehbi O., Riadi Y. Metal-doped TiO₂ nanocatalysts in an MX₂/urea mixture for the synthesis of benzothiazoles bearing substituted pyrrolidin-2-ones: Enhanced catalytic performance and antibacterial activity. *J. of Environ. Chem. Eng.* **2021**, *9*, No.4, 105344. DOI: 10.1016/j.jece.2021.105344

5. Dascalu A.-E., Ghinet A., Lipka E., Furman C., Rigo B., Fayeulle A., Billamboz M. Design, synthesis and evaluation of hydrazine and acyl hydrazone derivatives of 5-pyrrolidin-2-one as antifungal agents. *Bioorg. Med. Chem. Lett.* **2020**, *30*, No.13, 127220. DOI: 10.1016/j.bmcl.2020.127220

6. Ye.S. Sycheva, M.S. Mukanova*, D.B. Markina, G.S. Mukan. Synthesis and biological studies of novel dithiocarbamic-thioanhydrides. *Scientific Reports*. 2024, *14*, 24778. DOI:[10.1038/s41598-024-73260-8](https://doi.org/10.1038/s41598-024-73260-8)

7. Zaręba P., Dudek M., Lustyk K., Siwek A., Starowicz G., Bednarski M., Nowiński L., Rażny K., Sapa J., Malawska B., Kulig K. α -Adrenoceptor antagonistic and hypotensive properties of novel arylpiperazine derivatives of pyrrolidin-2-one. *Bioorg. Med. Chem.* **2015**, *23*, No.9, 2104-2111. DOI:10.1016/j.bmc.2015.03.009

8. Sapa J., Zygmunt M., Kulig K., Malawska B., Dudek M., Filipek B., Bednarski M., Kusak A., Nowak G. Evaluation of anticonvulsant activity of novel pyrrolidin-2-one derivatives. *Pharmacol. Reports*. **2014**, *66*, No.4, 708-711. DOI:10.1016/j.pharep.2014.02.014

9. Kulig K., Spieces C., Sapa J., Caspers C., Filipek B., Malawska B.. Synthesis and pharmacological evaluation of pyrrolidin-2-one derivatives as antiarrhythmic, antihypertensive and α -adrenolytic agents. *Pharmacol. Reports*. **2010**, *62*, No.1, 68-85. DOI:10.1016/S1734-1140(10)70244-9

10. Gupta M., Ojha M., Yadav D., Pant S., Yadav R. Novel Benzylated (Pyrrolidin-2-one)/(Imidazolidin-2-one) Derivatives as Potential Anti-Alzheimer's Agents: Synthesis and Pharmacological Investigations. *ACS Chem. Neurosci.* **2020**, *11*, No.18, 2849-2860. DOI: 10.1021/acscchemneuro.0c00403

SELF-PROPAGATING HIGH TEMPERATURE SYNTHESIS OF SHAPE MEMORY TITANIUM-NICKEL ALLOYS

N.Baatarbek^{1*}, K.Kamunur^{1,2}, Yücel Onuralp³

¹Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan.

²Institute of Combustion Problems, Almaty, Kazakhstan.

³Istanbul Technical University, Istanbul, Türkiye

*E-mail: B.nurka@mail.ru

Abstract. *Introduction* This research work is aimed at developing (establishing) an effective method for synthesizing nitinol alloy (Ni – Ti), a shape memory material using the self-propelled high-temperature synthesis (SHS) process. The synthesis was performed using condensed mixtures composed of titanium dioxide (TiO₂), nickel oxide (NiO), and magnesium (Mg), where magnesium served as a reducing agent. The mass fraction of magnesium was varied between 25% and 45% to determine its impact on combustion characteristics. The results showed that the highest combustion temperature reached 1845 °C, with a peak propagation velocity of 9.0 mm/s, demonstrating the system's strong exothermic nature. Thermogravimetric analysis revealed activation energies of 379.66 kJ/mol and 366.44 kJ/mol as calculated using the Kissinger and Ozawa methods, respectively. These values confirm the thermodynamic feasibility of the SHS reaction. X-ray diffraction (XRD) analysis identified the presence of multiple phases, including TiNi, MgO, and Mg₂TiO₄, indicating simultaneous reduction and intermetallic formation. Scanning electron microscopy (SEM) revealed a porous microstructure with pore sizes in the range of 50–200 nm, suggesting the suitability of the material for biomedical and sensor applications. Overall, the research confirms that SHS offers a promising pathway to synthesize porous NiTi alloys directly from metal oxides, reducing costs and avoiding complex vacuum-based melting techniques traditionally required in nitinol production.

Keywords: shape memory alloy, self-propagating high-temperature synthesis (SHS), nitinol (Ni-Ti), magnetothermal reduction, porous structure.

Baatarbek Nursaule

PhD, doctoral student: E-mail: b.nurka@mail.ru

Kaster Kamunur

PhD, Leading Researcher: E-mail: kamunur.k@mail.ru

Onuralp Yücel

Professor E-mail: yucel@itu.edu.tr

Citation: Baatarbek N., Kamunur K., Onuralp Y. Self-Propagating High Temperature Synthesis of Shape Memory Titanium-Nickel Alloys. *Chem. J. Kaz.*, 2025, 2(90), 122-131. DOI: <https://doi.org/10.51580/2025-2.2710-1185.28>

1. Introduction

Shape Memory Alloys (SMAs) are functional materials with unique properties, and Ni-Ti alloys are among the most widely studied [1]. These materials undergo a martensitic thermoelastic transformation, during which changes in the relative positions of atoms in the crystal lattice occur through coordinated atomic movements. Displacements between neighboring atoms are small compared to interatomic distances. Such materials can 'remember' their original shape after being heated to high temperatures, and upon cooling to room temperature, they can be deformed and recover their original shape when reheated above 40°C. Unique properties such as exceptional flexibility and elasticity enable these materials to be widely used in medicine, aerospace engineering, robotics, space technology, and other fields [2]. The corrosion resistance, high mechanical strength, and biocompatibility of Ni-Ti alloys make them suitable for applications ranging from dental implants to cardiovascular devices [3,4].

In recent years, the fabrication of Ni-Ti alloys with a porous structure has become a significant focus of scientific research [5,6]. The unique properties of porous Ni-Ti alloys are attributed to their similarity to the natural bone structure. Such a structure supports cell metabolism and growth, a significant advantage for biomedical implants. Consequently, porous Ni-Ti alloys are used in orthopedics, trauma, and surgery. They are applied to produce artificial organs, bone fixators, and cardiovascular stents [7,8].

Various technologies based on powder metallurgy processes are used to synthesize porous Nitinol. Due to the high reactivity of nickel and titanium, melting processes are typically carried out under vacuum conditions. Among standard casting methods, vacuum induction, arc melting, electron beam melting, and plasma arc melting are widely used [9,10]. However, the need to operate in a vacuum environment and the high energy consumption of these methods significantly increase production costs. Today, one of the most efficient methods for obtaining Nitinol is Self-propagating High-temperature Synthesis (SHS) [11,12]. This method is attractive due to its relatively low cost, accessibility, and ability to produce highly porous materials. The SHS process typically involves homogenizing an equimolar mixture of titanium and nickel powders, compacting the mixture, and igniting the compact [13].

Many researchers have investigated the formation of Nitinol solid solutions by melting pure metals at high temperatures in synthesizing porous Ni-Ti alloys. However, the use of pure metals increases the overall cost of nitinol. Therefore, the main advantage of this study lies in the simultaneous synthesis of nitinol from metal oxides using the SHS method based on magnesiothermic reduction and in evaluating the efficiency of this synthesis approach.

2. Experimental Part

2.1. Materials

Magnesium powder (Sigma-Aldrich) was purchased as one of the initial components. Its active metal content was 99%. It was used as a reducing agent for

metal oxides. Nickel monoxide powder (GOST TU 6-09-4125-7580) was used to synthesize nickel. Titanium dioxide (GOST 9808-84) was used to synthesize titanium.

2.2. Preparation of samples from condensed mixtures based on $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$

The initial components were weighed in various ratios and mixed using a ball mill to prepare a compacted mixture. The compacted mixture was then pressed using a press apparatus with a cylindrical mold to form cylindrical samples with a diameter of 20 mm and a height of 20 mm, applying a force of 100 kN.

2.3. Study of the burning kinetics of $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ - based condensed mixtures

A cylindrical pressed sample (20×20 mm) is initiated by applying a 20 V voltage from a power source, using a spherical initiator. The burning process of the compacted mixture was recorded using a high-speed camera (Video camera Nikon 1SB-N5, 31 December 2012), and the burning rate was calculated. The burning temperature was measured using an infrared pyrometer (Kelvin PLC 2300, 02 February 2022). For each composition, the burning process was repeated three times.

2.4. Research Instruments

The morphology and elemental composition of the synthesized Ni-Ti alloy powder were determined using a Quanta 200i 3D scanning electron microscope (SEM) (FEI Company, Hillsboro, OR, USA). The phase composition of the synthesized products was analyzed using a Bruker D8 Advance diffractometer (Billerica, MA, USA) with $\text{CuK}\alpha$ radiation (40 kV, 40 mA). The thermal decomposition of the initial compacted mixture was studied using a BAXIT thermogravimetric analyzer (BXT-TGA-103) at various heating rates ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$).

3. Results and discussion

3.1. Burning mechanism of a condensed mixture based on $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$

The cylindrical samples were ignited in an atmospheric environment using an open flame. The combustion cinegram of the self-propagating high-temperature synthesis process is shown in Figure 1.



Figure 1 – Burning cinegram of a condensed mixture based on $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$

Figure 1 shows that the condensed mixture based on $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ was completely combusted through the SHS method with a uniformly propagating

burning front. The synthesis process's burning temperature and velocity were measured and calculated. For the $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ system, various ratios of the initial components were used, and the graph illustrating the correlation between the magnesium mass fraction and the burning temperature is presented in Figure 2.

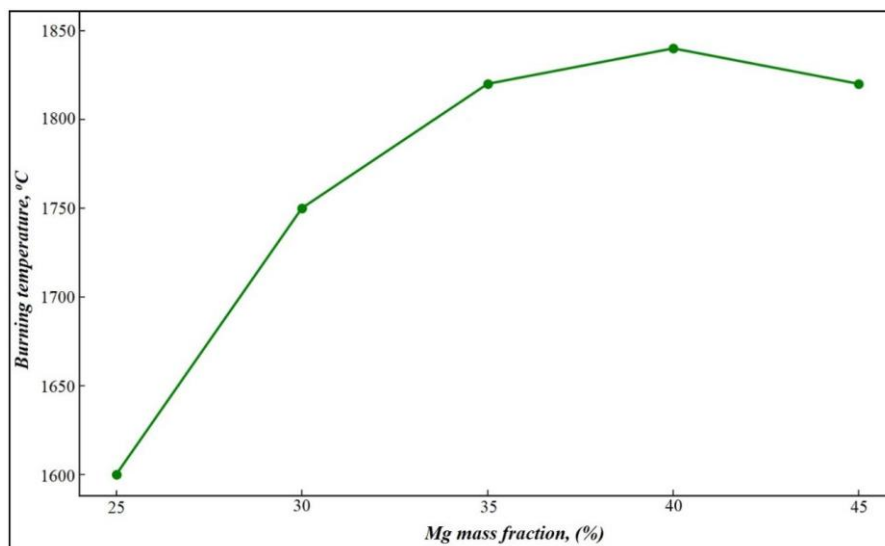


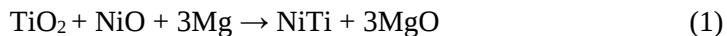
Figure 2 – Graph of the dependence of the burning temperature of a condensed mixture based on $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ on the mass fraction of magnesium.

According to the combustion temperature graph, as the mass fraction of magnesium increases from 25% to 40%, the combustion temperature also rises, as there is a sufficient amount of reducing agent to drive the reaction in the system. However, when the amount of reducing agent exceeds 40%, the excess magnesium does not participate fully in the response, leading to a limited increase in temperature or a slight decrease. This may be due to the interaction of residual reactants' heat absorption capacity in exothermic reactions. In addition, the linear combustion velocity of the compacted mixture based on $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ was calculated based on video recordings captured with a high-speed video camera. As the mass fraction of magnesium increased, the combustion velocity consistently rose, reaching a maximum value of 9.0 mm/s. However, at 45% Mg, the combustion velocity slightly decreased to 8.2 mm/s, indicating that excess Mg does not fully participate in the combustion, instead absorbing heat and slowing down the process.

3.2. Thermodynamics of the system $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$

The $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ -based system is an effective compacted composition for self-propagating high-temperature synthesis. This system is based on the

strong reducing properties of Mg and the formation of reaction products – NiTi intermetallic and MgO.



The compacted mixture's activation energy (E_a) based on this reaction is crucial for calculating the combustion characteristics of the compacted mixture. The Kissinger and Ozawa methods are commonly used in E_a calculations, as they do not require knowledge of the reaction order or reaction models [14-15]. The following equation is proposed for calculating E_a according to the Kissinger method:

$$\frac{E_a}{R} = \frac{d \ln(\beta T_p^{-2})}{dT_p^{-1}} \quad (1)$$

where E_a is the activation energy; T_p is the highest temperature of thermal decomposition of the DTA curve; R is the universal gas constant; and β is the heating rate. These methods study the activation energy of high-energy density materials and compacted mixtures [16]. Therefore, in this research, calculating the E_a value through the Kissinger and Ozawa methods is essential for investigating the combustion mechanism of the $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ -based compacted mixture.

The temperature-dependent mass loss behavior of the $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ -based condensed composition at different heating rates is presented in Figure 3. Based on the onset temperatures of mass loss, the activation energy was calculated using various methods.

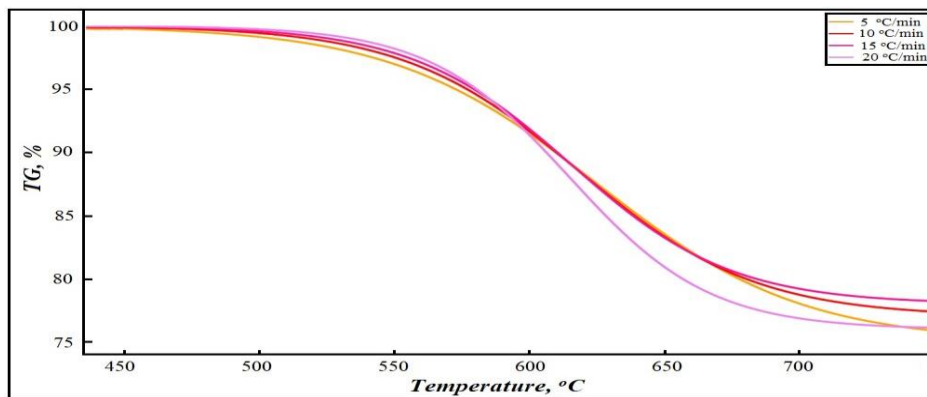


Figure 3 - Thermogravimetric analysis of $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ -based compacted mixture

According to the results shown in Figure 3, mass loss occurred in the temperature range of 530 °C to 550 °C. This temperature range corresponds to the ignition of the condensed composition.

Figure 4 shows the dependency plots of $\ln(\beta/T_p^{-2})$ and T_p^{-1} for the activation energy calculation of the $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ -based compacted mixture using the Kissinger (a) and Ozawa (b) methods. These relationships show nearly straight lines for each compacted mixture. The E_a values calculated using the Kissinger method were determined to be 379.66 kJ/mol for the compacted mix, while the E_a values computed using the Ozawa method were 366.44 kJ/mol. The E_a values calculated by the relatively different methods were very close.

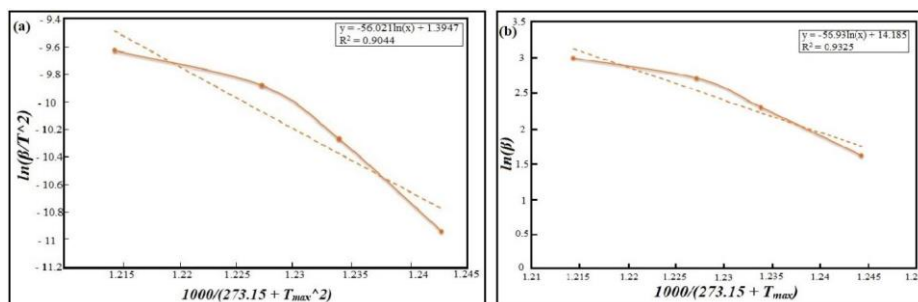


Figure 4 – Kissinger (a) and Ozawa (b) plots of an $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ -based condensed mixture

The activation energies of the condensed mixture at different heating rates were calculated using the Kissinger (E_k) and Ozawa (E_a) methods. The calculated results are shown in Table 1.

Table 1 – Activation energy of a condensed mixture based on $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$

Reactive Fuels	β (Heating Rate, °C/min)	T_p , °C	E_a /(kJ/mol) Kissinger's Method	R^2	E_a /(kJ/mol) Ozawa's Method	R^2
$\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$	5	530.5	365.15	0.93	366.44	0.93
	10	537.3				
	15	541.7				
	20	550.3				

The activation energy results calculated using the Kissinger and Ozawa methods showed relatively close values. However, these values indicate that the burning process of the $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ system requires significant energy, but once ignited, the reaction proceeds steadily at high temperatures.

3.3. Composition and morphology of synthesis products of the $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ system

When the $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ system is synthesized using the SHS method, high-temperature exothermic reactions result in the formation of metallic nickel, titanium, and their intermetallic compounds (e.g., NiTi , Ni_3Ti) [17]. In this process, magnesium acts as a potent reducing agent, binding the oxygen in TiO_2 and NiO , making the reaction thermodynamically efficient. The obtained products' phase composition depends on the ratio of the starting components and

synthesis parameters. The phase composition of the synthesis products is shown in Figure 5.

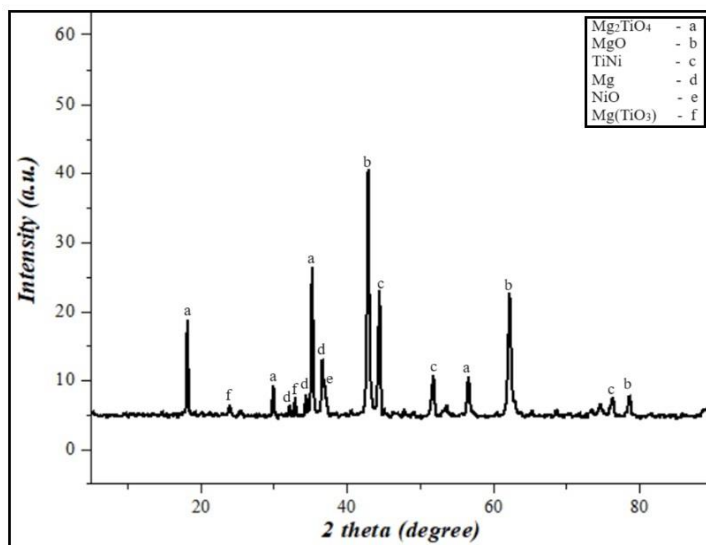


Figure 5 – Results of the phase composition of the burning products of a condensed mixture based on $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$

According to the XRD analysis results, the products obtained via the SHS method exhibit a multiphase structure, where the main phases identified are MgO , TiNi , and Mg_2TiO_4 . This indicates that simultaneous reduction, intermetallic compound formation, and complex titanate formation occur concurrently. It was determined that the synthesized products' structural complexity and phase composition directly depend on the initial component ratios and synthesis parameters (temperature, pressure, and time). Additionally, the morphology of the product synthesized by the SHS method is shown in Figure 6.

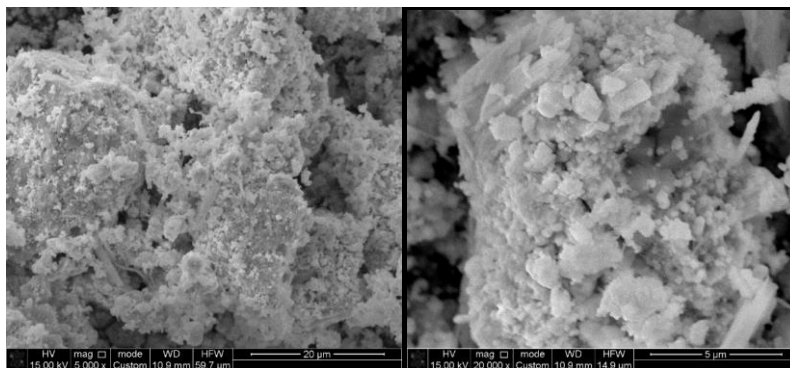


Figure 6 – SEM analysis results of the $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ system after the SHS process.

SEM analysis of the synthesized products of the $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ system after the SHS process revealed a complex microstructure (Figure 5). Based on the conducted analyses, the morphology of the product was found to consist of a heterogeneous mixture of microcrystalline and nanostructured particles. The surface structure shows visible porosity, which may positively influence the catalytic activity of the material by forming favorable channels for gas diffusion. In the porous regions, the pore diameters range from approximately 50 to 200 nm, corresponding to a mesoporous structure. Overall, the obtained morphological and quantitative characteristics indicate not only the structural complexity of the material but also its functional potential. Such microstructures are of great interest for applications in high-temperature catalysis, sensor devices, energy storage systems, and shape memory alloys.

4. Conclusion

This study demonstrated the feasibility of efficiently synthesizing shape memory NiTi (nitinol) alloy via self-propagating high-temperature synthesis (SHS) based on the $\text{TiO}_2 + \text{NiO} + \text{Mg}$ system. Magnesium acted as a reducing agent, creating favorable conditions for synthesizing intermetallic compounds from metal oxides. It was found that the combustion temperature and propagation rate depend on the ratio of the initial components: as the magnesium content increased, the intensity of the reaction also increased. The activation energy calculated using the Kissinger and Ozawa methods ranged from approximately 365 to 380 kJ/mol, indicating the energetic efficiency of the system. Phase composition analysis revealed that the synthesized product is multiphase (MgO , TiNi , Mg_2TiO_4), confirming that complex chemical processes occur during the synthesis. SEM microscopy showed a highly porous, microcrystalline structure, making the material promising for biomedical implants, high-temperature catalysts, and sensor systems as a shape memory alloy. Overall, the SHS method is a cost-effective, accessible, and environmentally friendly alternative technology for synthesizing complex materials such as nitinol from metal oxides.

ПІШНДІ ЕСТЕ-САҚТАЙТЫН ТИТАН-НИКЕЛЬ ҚОРЫТПАЛАРЫНЫҢ ӨЗДІГІНЕН ТАРАЛАТЫН ЖОҒАРЫ ТЕМПЕРАТУРАЛЫҚ СИНТЕЗІ

Н.Баатарбек^{1}, Қ.Камұнұр^{1,2}, Ю. Онураһь³*

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

²Жану Проблемалары институты, Алматы, Қазақстан

³Стамбул техникалық Университеті, Стамбул, Түркия

*E-mail: B.nurka@mail.ru

Түйіндемесі: *Кіріспе.* Бұл ғылыми-зерттеу жұмысы өздігінен таралатын жоғары температуралық синтез (ӨЖС) процесін пайдалана отырып, пішінді есте сақтайтын материал болып табылатын нитинол қорытпасын (Ni–Ti) синтездеудің тиімді әдісін әзірлеуге бағытталған. Синтез үшін титан диоксиді (TiO_2), никель оксиді (NiO) және магний (Mg) негізіндегі конденсирленген қоспалар пайдаланылды, мұнда магний тотықсыздандырғыш ретінде қолданылды. Магнийдің массалық үлесі 25%-дан 45%-ға дейін өзгертіліп, оның жану процесінің температурасы мен жылдамдығына әсері зерттелді. Нәтижесінде жану температурасы 1845 °C-қа дейін жетіп, жану жылдамдығы 9.0

мм/с мәніне ие болды, бұл қоспаның жоғары экзотермиялық реакция қабілетін көрсетті. Термогравиметриялық талдау нәтижесінде Киссинджер және Озава әдістері бойынша активтену энергиясы тиісінше 379.66 кДж/моль және 366.44 кДж/моль шамасында анықталды. Бұл көрсеткіштер жүйенің термодинамикалық тұрғыдан тиімді екенін растайды. Рентгендік фазалық талдау (РФТ) нәтижелері синтезделген өнімнің негізгі фазалары ретінде TiNi, MgO және Mg₂TiO₄ қосылыстарының түзілгенін көрсетті, бұл металл оксидтерінің бір мезгілде тотықсыздануы мен интерметалдық қосылыстардың түзілуі жүретінін дәлелдейді. Сканерлі электрондық микроскопия (СЭМ) нәтижелері материалдың 50–200 нм аралығындағы кеуектерге ие күрделі құрылымын анықтады, бұл оны биомедицина мен сенсорлық құрылғыларда қолдануға лайықты етеді. Жалпы алғанда, бұл зерттеу ӘЖС әдісі арқылы металл оксидтерінен тікелей кеуекті нитинол алу мүмкіндігін растайды және дәстүрлі вакуумдық балқыту әдістеріне балама ретінде өндіріс шығынын азайтатын технологиялық жол ұсынады.

Түйін сөздер: Пішінді жады қорытпасы, өздігінен таралатын жоғары температуралы синтез (SHS), нитинол (Ni-Ti), магнитотермиялық тотықсыздану, кеуекті құрылым.

<i>Баатарбек Нурсауле</i>	<i>PhD, докторант</i>
<i>Қастер Қамұнұр</i>	<i>PhD, доктор, жетекші ғылыми қызметкер</i>
<i>Онеральн Ючел</i>	<i>Профессор</i>

САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩИЙСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ ТИТАНО-НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ

Н.Баатарбек^{1}, К. Камунур^{1,2}, Ю. Онеральн³*

¹Казахский национальный университет им. Аль-Фараби, Алматы, Казахстан

²Институт проблем горения, Алматы, Казахстан

³Стамбульский технический университет, Стамбул, Турция

*E-mail: B.nurka@mail.ru

Резюме. Введение. Данная исследовательская работа направлена на разработку эффективного метода синтеза сплава нитинола (Ni – Ti), материала с памятью формы с использованием процесса самоходного высокотемпературного синтеза (СВС). Для синтеза использовались конденсированные смеси на основе диоксида титана (TiO₂), оксида никеля (NiO) и магния (Mg), где магний использовался в качестве восстановителя. Массовая доля магния была изменена с 25% до 45%, и было изучено его влияние на температуру и скорость процесса горения. В результате температура горения достигла 1845 °С, а скорость горения составила 9.0 мм/с, что свидетельствует о высокой способности смеси к экзотермической реакции. В результате термогравиметрического анализа энергия активации методами Киссинджера и Одзавы была определена в пределах 379.66 кДж/моль и 366.44 кДж/моль соответственно. Эти показатели подтверждают, что система термодинамически эффективна. Результаты рентгенофазного анализа (РФА) показали, что в качестве основных фаз синтезируемого продукта образуются соединения TiNi, MgO и Mg₂TiO₄, что доказывает, что происходит одновременное восстановление оксидов металлов и образование интерметаллических соединений. Результаты сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) выявили сложную структуру материала с порами размером от 50 до 200 нм, что делает его подходящим для использования в биомедицине и сенсорных устройствах. В целом, это исследование подтверждает возможность получения непосредственно пористого нитинола из оксидов металлов методом СВС и предлагает технологический путь, который снижает производственные затраты в качестве альтернативы традиционным методам вакуумной плавки.

Ключевые слова: сплав с памятью формы, самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), нитинол (Ni-Ti), магнитотермическое восстановление, пористая структура.

Баатарбек Нурсауле	PhD, докторант
Кастер Камунур	PhD, доктор, ведущий научный сотрудник
Онеральн Ючел	Профессор

References

1. Qadir R., Mohammed S., Kök M., Qader I. A review on NiTiCu shape memory alloys: manufacturing and characterizations. *J. Phys. Chem.* **2021**, 4(2), 49-56. DOI: 10.54565/jphcfum.1018817
2. Alipour S., Taromian F., Ghomi E.R., Zare M., Singh S., Ramakrishna S. Nitinol: From historical milestones to functional properties and biomedical applications. *J. Eng. Mater. Technol.* **2022**, 236(11), 1595-1612. DOI: 10.1177/09544119221123176
3. Dobrzański L.A., Dobrzański L.B., Dobrzańska-Danikiewicz A.D., Dobrzańska J. Nitinol type Alloys general characteristics and applications in endodontics: *Processes.* **2022**, 10(1), 101. DOI: 10.3390/pr10010101
4. Patel S.K., Dubey P., Roshan R., Behera A. Elastic and transformation behaviour of equiatomic NiTi shape memory alloys fabricated at different sintering temperatures. *Mater. Today Commun.* **2023**, 37, 107-203. DOI: 10.1016/j.mtcomm.2023.107203.
5. Angadi S.V., Nayak S.H., GS, R. K., Buradi A., Yadav S.P.S. Recent advancements in the manufacture of nitinol including its characterization and properties. *Mater. Today: Proc.* **2022**, 62, 9-17. DOI: 10.1016/j.matpr.2022.01.382
6. Tang D., Hu Y., Yang L. New insights into the mechanical properties, functional fatigue, and structural fatigue of Ni-Ti alloy porous structures. *Metals.* **2023**, 13(5), 931.
7. Billah T., Aquib T.I., Dey K. A review on surface modification of NiTinol for biomedical applications. *J. Mater. Sci.* **2024**, 59(41), 19340-19379. DOI: 10.1007/s10853-024-10273-8
8. Anikeev S.G., Artyukhova N.V., Shabalina A.V., Kulinich S.A., Hodorenko V.N., Kaftaranova M. I., Gunter V. E. Preparation of porous TiNi-Ti alloy by diffusion sintering method and study of its composition, structure and martensitic transformations. *J. Alloys Compd.* **2022**, 900, 163-559. DOI: 10.1016/j.jallcom.2021.163559
9. Ibrahim Khaled., Safwat Engie., Ghayad Ibrahim., El-Hadad Shima. In-vitro biocompatibility evaluation of cast Ni-Ti alloy produced by vacuum arc melting technique for biomedical and dental applications. *Chem. Pap.* **2023**, 77, 847-858. DOI: 10.1007/s11696-022-02523-3
10. Huang Y., Khan F., Chang M., Conrady C.D., Yeh S. Utility of a nitinol stone extractor for intraocular foreign body removal. *Am. J. Ophthalmol. Case Rep.* **2023**, 32, 101-917. DOI: 10.1016/j.ajoc.2023.101917
11. Marchenko E., Baigonakova G., Shishelova A. Influence of the Gas Reaction Atmosphere on the SHS structure, Phase Composition, Functional Properties and Cytocompatibility of Porous Titanium–Nickel Alloys. *Metals.* **2022**, 12(12), 21-70. DOI: 10.3390/met12122170
12. Tsygankov A.A., Galimzyanov B.N. and Mokshin A.V. "Porous amorphous nitinol synthesized by argon injection: a molecular dynamics study. *J. Phys.: Condens. Matter.* **2022**, 34(41), 414-003. DOI: 10.1088/1361-648X/ac8512
13. Bogatov Yu V., Shcherbakov V.A., and Chuev I.I. "SHS Compaction of Titanium Nickelide: Mechanical Activation, Combustion, Structure, and Properties. *Combust. Explos. Shock Waves.* **2024**, 60(4), 534-542. DOI: 10.1134/S0010508224040154
14. Vyazovkin, S. Kissinger method in kinetics of materials: things to beware and be aware of. *Molecules*, **2020**, 25(12), 2813. <https://doi.org/10.3390/molecules25122813>
15. Pierwoła, A., Lelito, J., Szucki, M., & Krawiec, H. Different Methods for Calculation of Activation Energies During Non-Isothermal Annealing of Mg72Zn27Pt1 and Mg72Zn27Cu1 Metallic Glasses. *Materials*, **2025**, 18(3), 694. <https://doi.org/10.3390/ma18030694>
16. Balci E., Tatar C., Tatar B., Dagdelen F. Effects of Cd addition to NiTi shape memory alloys on thermal, mechanical and corrosion behaviour. *Bull. Mater. Sci.* **2024**, 47(1), 54. DOI: <https://doi.org/10.1038/s41598-017-14368-y>10.1007/s12034-023-03121-z
17. Liu Z., Zhang L., Fu C., Zeng C., Wu X., Li W., Ma X. Structural, mechanical and thermodynamic properties of Ni–Ti intermetallic compounds: First-principle calculation. *J. Appl. Phys.* **2023**, 134(8). DOI: 10.1063/5.0159431

МАЗМҰНЫ

Ж.Н. Уванисканова, Г.А. Сейтимова, Г.Ш. Бурашева, М.И. Чаудхари ҚАБЫНУҒА ҚАРСЫ ӨСЕРІ БАР БИОЛОГИЯЛЫҚ БЕЛСЕНДІ КЕШЕН АЛУ ЖОЛЫН ҰСЫНУ..	5
Ө.Ж. Жүсіпбеков, Г.О. Нұрғалиева, З.К. Баяхметова, Д. Дүйсенбай, Ұ.Б. Ақсақалова СҰЙЫҚ ОРГАНОМИНЕРАЛДЫ ТЫҢАЙТҚЫШТАР-ДЫҢ ҚҰРАМЫ ЖӘНЕ ҚАСИЕТТЕРІНЕ НАТИЙ ГУМАТЫ КОНЦЕНТРАЦИЯСЫНЫҢ ӨСЕРІ.....	15
Кубекова Ш.Н., Капралова В.И., Раимбекова А.С., Рысбеков К.Б., Далбанбай А., Ибраимова Г.Т., Муханов А.Ж. ЖӘЙРЕМ КЕН ОРНЫНЫҢ ЖЫНЫС ҚАЛДЫҚТАРЫН ҚЫШҚЫЛМЕН СІЛТІЛЕУ ПРОЦЕСІН ЗЕРТТЕУ	19
К.А. Садықов, С.Б. Рыспаева, А.Ж. Керимкулова, Ш.С. Ислам, Д.Б. Адиканова, Т.К. Чалов, Н.А. Бектенов БЕТАИН НЕГІЗІНДЕГІ ЖАҢА ТЕРЕҢ ЭВТЕКТИКАЛЫҚ ЕРІТКІШТЕР СИНТЕЗІ ЖӘНЕ ЗЕРТТЕЛУІ.....	33
Ө.Ж. Жүсіпбеков, Г.О. Нұрғалиева, З.К. Баяхметова, Е.Ә. Түсіпқалиев, А.Қ. Шакирова, Д. Дүйсенбай, У.Б. Ақсақалова, А.Н. Алтыруова ӘРТҮРЛІ ЖАҒДАЙДА ГУМИНДІ ҚОСЫЛЫСТАРДЫ ТҮРЛЕНДІРУ АРҚЫЛЫ БИОЛОГИЯЛЫҚ БЕЛСЕНДІЛІГІН АРТТЫРУ.....	42
Бисенбай Д., Тен А.Ю., Ю В.К., Жаксимаева Ж.М., Dembitsky V. In silico ӘДІСІ АРҚЫЛЫ ЖАҢА ПИПЕРИДИН ТУЫНДЫЛАРЫНЫҢ ФАРМАКОКИНЕТИКАСЫ МЕН УЫТТЫЛЫҒЫН БАҒАЛАУ.....	52
Ж.Елемесова, Б.Милихат, А.Еркен, З.Мансуров МИКРО-ИНИЦИАЦИЯЛЫҚ ЖҮЙЕЛЕРГЕ АРНАЛҒАН ЭНЕРГЕТИКАЛЫҚ КОМПОЗИЦИЯЛЫҚ МАТЕРИАЛДАР: КОМПОЗИЦИЯ МЕН ӨНІМДІЛІК ҚАТЫНАСТАРЫ.....	62
Н.О.Аппазов, Ә.Ф.Ибрагим, Д.Ж.Ниязова, И.Д.Еспанова, Ә.Б.Тойбазарова, С.Любчик, Р.Ә.Тұрманов, М.И.Сыздықбаев, Р.Ә.Нарманова, Г.Ш.Асқарова КҮРІШ ҚАУЫЗЫН ГИДРОТЕРМАЛДЫ КАРБОНИЗАЦИЯЛАУ АРҚЫЛЫ ГИДРОЧАР АЛУ.....	81
С.Д.Фазылов, О.А. Нұркенов, А.Ж.Сәрсенбекова, Р.Е. Бәкірова, А.Б.Татеева, А.Қ. Сыздықов, А.К.Свидерский, А.Ж. Меңдібаева ЦИТИЗИН БЕТА-ОЛИГОСАХАРИД КЛАТРАТЫМЕН ФУНКЦИЯЛАНДЫРЫЛҒАН КҮМІС НАНОБӨЛШЕКТЕР КОМПОЗИЦИЯЛАРЫНЫҢ ТЕРМОХИМИЯЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ	92
Кедельбаев Б.Ш., Тұртабаев С.К., Лаханова К.М., Шитыбаев С.А., Амирбек А.Б. ПРОМОТРИЛЕНГЕН ҚАҢҚАЛЫҚ МЫС КАТАЛИЗАТОРЛАРЫНДА ФУРФУРОЛДЫҢ СУТЕКТЕНДІРУІ	103
Е.С. Сычева, Н.М.Өтеп, М.С. Муканова 2-ОКСОПИРРОЛИДИН НЕГІЗІНДЕГІ ДИТИОКАРБАМАТ ЖӘНЕ ОНЫҢ ТИОАНГИДРИДТЕРІНІҢ СИНТЕЗІ, ҚҰРЫЛЫМЫ ЖӘНЕ ӨСУДІ ЫНТАЛАНДЫРАТЫН, ГЕРБИЦИДТІК ЖӘНЕ ФУНГИЦИДТІК БЕЛСЕНДІЛІГІНІҢ БИОСКРИНИНГІ	111
Баатарбек Н., Камүнұр Қ., Онуралып Ю. ПШНДІ ЕСТЕ-САҚТАЙТЫН ТИТАН-НИКЕЛЬ ҚОРЫТПАЛАРЫНЫҢ ӨЗДІГІНЕН ТАРАЛАТЫН ЖОҒАРЫ ТЕМПЕРАТУРАЛЫҚ СИНТЕЗІ.....	122

СОДЕРЖАНИЕ

<i>Ж.Н. Уванисканова, Г.А. Сейтимова, Г.Ш. Бурашева, М.И. Чаудхари</i> РАЗРАБОТКА БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНОГО КОМПЛЕКСА С ПРОТИВОВОСПАЛИТЕЛЬНЫМИ СВОЙСТВАМИ	5
<i>У.Ж. Джусупбеков, Г.О. Нургалиева, З.К. Баяхметова, Дуйсенбай Д.,</i> <i>Аксакалова У.Б.</i> ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ГУМАТА НАТРИЯ НА СОСТАВ И СВОЙСТВА ЖИДКИХ ОРГАНОМИНЕРАЛЬНЫХ УДОБРЕНИЙ	15
<i>Кубекова Ш.Н., Капралова В.И., Раимбекова А.С., Рысбеков К. Б. Далбанбай А.,</i> <i>Ибраимова Г.Т., Муханов А.Ж.</i> ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА КИСЛОТНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ ВСКРЫШНЫХ ПОРОД МЕСТОРОЖДЕНИЯ ЖАЙРЕМ	19
<i>К.А. Садыков С.Б. Рыспаева, А.Ж. Керимкулова, Ш.С. Ислам, Д.Б. Адиканова, Т.К.</i> <i>Чалов, Н.А. Бектенов</i> СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ ГЛУБОКИХ ЭВТЕКТИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЕЙ НА ОСНОВЕ БЕТАИНА	33
<i>У.Ж. Джусупбеков, Г.О. Нургалиева, З.К. Баяхметова, Е.А. Тусупкалиев,</i> <i>А.К. Шакирова, Д. Дуйсенбай, У.Б. Аксакалова, А.Н. Алтыруова</i> ПОВЫШЕНИЕ БИОЛОГИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ ГУМИНОВЫХ СОЕДИНЕНИЙ ПУТЕМ ИХ МОДИФИКАЦИИ В РАЗЛИЧНЫХ УСЛОВИЯХ.....	42
<i>Бисенбай Д., Тен А.Ю., Ю В.К., Жаксимаева Ж.М., Dembitsky V.</i> In silico ОЦЕНКА ФАРМАКОКИНЕТИКИ И ТОКСИЧНОСТИ НОВЫХ ПИПЕРИДИНОВЫХ ПРОИЗВОДНЫХ	52
<i>Ж. Елемесова, Б. Милихат, А. Еркен, З. Мансуров</i> ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ СИСТЕМ МИКРОИНИЦИИРОВА- НИЯ: ВЗАИМОСВЯЗЬ СОСТАВА И ХАРАКТЕРИСТИК	62
<i>Н.О. Аппазов, А.Ф. Ибрагим, Д.Ж. Ниязова, И.Д. Еспанова, А.Б. Тойбазарова,</i> <i>С. Любчик, Р.А. Турманов, М.И. Сыздыкбаев, Р.А. Нарманова, Г.Ш. Аскарова</i> ПОЛУЧЕНИЕ ГИДРОЧАРА ГИДРОТЕРМАЛЬНОЙ КАРБОНИЗАЦИЕЙ РИСОВОЙ ШЕЛУХИ	81
<i>С.Д. Фазылов, О.А. Нуркенов, А.Ж. Сарсенбекова, Р.Е. Бакирова, А.Б. Татеева,</i> <i>А.К. Сыздыков, А.К. Свицерский, А.Ж. Мендибаева</i> ТЕРМОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИЙ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА, ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННЫЕ БЕТА-ОЛИГОСАХАРИДНЫМ КЛАТРАТОМ ЦИТИЗИНА	92
<i>Кедельбаев Б.Ш., Туртабаев С.К., Лаханова К.М., Шитыбаев С.А., Амирбек А.Б.</i> ГИДРИРОВАНИЕ ФУРФУРОЛА НА ПРОМОТИРОВАННЫХ СКЕЛЕТНЫХ МЕДНЫХ КАТАЛИЗАТОРАХ.....	103
<i>Е.С. Сычева, Н.М. Отеп, М.С. Муканова</i> СИНТЕЗ, СТРУКТУРА И БИОСКРИНИНГ РОСТСТИМУЛИРУЮЩЕЙ, ГЕРБИЦИДНОЙ И ФУНГИЦИДНОЙ АКТИВНОСТИ ДИТИОКАРБАМАТА И ЕГО ТИОАНГИДРИДОВ НА ОСНОВЕ 2-ОКСОПИРРОЛИДИНА.....	111
<i>Батарбек Н., Камунур К., Онуралып Ю.</i> САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩИЙСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ ТИТАНО-НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ	122

CONTENTS

Zh.N. Uvaniskanova, G.A. Seitimova, G.Sh. Burasheva, M.I. Choudhary DEVELOPMENT OF A BIOACTIVE COMPLEX WITH ANTI-INFLAMMATORY PROPERTIES.....	5
U.Zh. Dzhusipbekov, G.O. Nurgalieva, Z.K. Bayakhmetova, D. Duisenbai, U.B. Aksakalova INFLUENCE OF SODIUM HUMATE CONCENTRATIONS ON THE COMPOSITION AND PROPERTIES OF LIQUID ORGANOMINERAL FERTILIZERS.....	15
Kubekova Sh.N., Kapralova V.I., Raimbekova A.S., Rysbekov K.B., Dalbanbay A., Ibraimova G.T., Mukhanov A.Z. ZHAYREM OVERBURDEN ACID LEACHING STUDY	25
K.A.Sadykov, S.B. Ryspaeva, A.Zh. Kerimkulova, Sh.S. Islam, D.B. Adikanova, T.K. Chalov, N.A. Bektenov SYNTHESIS AND RESEARCH OF NEW DEEP EUTECTIC SOLVENTS BASED ON BETAINE AND CHOLINE CHLORIDE.....	33
U.Zh. Dzhusipbekov, G.O. Nurgalieva, Z.K. Bayakhmetova, E.A. Tussupkaliev, A.K. Shakirova, D. Duisenbai, U.B. Aksakalova, A.N. Altyruova INCREASING THE BIOLOGICAL ACTIVITY OF HUMIC COMPOUNDS BY MODIFYING THEM UNDER VARIOUS CONDITIONS	42
Bissenbay D., Ten A.Yu., Yu V.K., Zhaxibayeva Zh.M., Dembitsky V. In silico EVALUATION OF THE PHARMACOKINETICS AND TOXICITY OF NOVEL PIPERIDINE DERIVATIVES	52
Zh. Yelemessova, B. Milikhat, A. Yerken, Z. Mansurov, A. Imangazy ENERGETIC COMPOSITE MATERIALS FOR MICRO-INITIATION SYSTEMS: COMPOSITION-PERFORMANCE RELATIONSHIPS	62
N.O.Appazov, A.G.Ibragim, D.Zh.Niyazova, I.D.Yespanova, A.B.Toybazarova, S.Lyubchik, R.A.Turmanov, M.I.Syzdykbayev, R.A.Narmanova, G.Sh.Askarova PRODUCTION OF HYDROCHAR BY HYDROTHERMAL CARBONIZATION OF RICE HUSK	81
S.D. Fazylov, O.A. Nurkenov, A.Zh. Sarsenbekova, R.Ye. Bakirova, A.B. Tateeva, A.K. Syzdykov, A.K. Sviderskiy, A.Zh. Mendibayeva THERMOCHEMICAL PROPERTIES OF SILVER NANOPARTICLE COMPOSITIONS FUNCTIONALIZED BY CYTISINE BETA-OLIGOSACCHARIDE CLATHRATE..	92
B.Sh.Kedelbaev, S.K. Turtabaev, K.M. Lakhanova, S.A.Shitybaev, A.B.Amirbek FURFURAL HYDRATING ON PROMOTED SKELETAL COPPER CATALYSTS.	103
Ye.S. Sycheva, N.M. Otep, M.S. Mukanova SYNTHESIS, STRUCTURE AND LABORATORY SCREENING OF GROWTH-STIMULATING, HERBICIDAL AND FUNGICIDAL ACTIVITIES OF DITHIOCARBOMATE AND ITS THIOANHIDRIDES BASED ON 2-OXOPYRROLIDINE	111
Baatarbek N., Kamunur K., Onuralp Yücel SELF-PROPAGATING HIGH TEMPERATURE SYNTHESIS OF SHAPE MEMORY TITANIUM-NICKEL ALLOYS	122

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 абзачного 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 абзачного 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 PCA 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 **закключение**, 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. Статья 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: zamirabkz@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: zamirabkz@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-7261-2215>.

Авторлар туралы ақпарат:

Жүсіпбеков Өмірзақ Жұмасылұлы - "Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты" АҚ, тұздар және тыңайтқыштар химиясы зертханасының меңгерушісі, Қазақстан Республикасы Ұлттық Ғылым академиясының корреспондент-мүшесі, профессор; e-mail: jussipbekov@mail.ru, ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-2354-9878>.

Нұрғалиева Гүлзипа Орынтайқызы - химия ғылымдарының докторы, "Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты" АҚ, Алматы, Қазақстан Республикасы, e-mail: n_gulzipa@mail.ru. ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-2659-3361>.

Баяхметова Замира Кеңесбекқызы - химия ғылымдарының кандидаты, жетекші ғылыми қызметкер, "Ә.Б. Бектұров атындағы химия ғылымдары институты" АҚ,

Алматы, Қазақстан Республикасы, e-mail: zamirabkz@mail.ru . ORCID ID: <https://orcid.org/0000-0001-7261-2215>.

Список цитируемой литературы оформляется в соответствии с нижеприведенными образцами библиографических описаний (4.8.).

3.19. В конце статьи после списка литературы *дополнительно* приводится перевод **Резюме** на казахский (**Түйіндеме**) и на английский языки (**Abstract**). Слово **Резюме (Abstract, Түйіндеме)** дается по центру. На следующей строке с выравниванием по левому краю прописными буквами полужирным шрифтом № 12 приводится название статьи. Через строку без абзацного отступа курсивом, полужирным шрифтом № 11 даются инициалы и фамилии авторов.

На следующей строке без абзацного отступа курсивом, строчными буквами, шрифтом № 11 приводятся места работы авторов с надстрочными индексами (после фамилии и перед названием организации), указывающие на место работы авторов. Затем через строку с абзацного отступа с выравниванием текста по ширине идет текст резюме, набранный строчным шрифтом № 12.

Далее через строку с абзацным отступом строчными буквами шрифтом № 12, с выравниванием текста по ширине приводятся **ключевые слова** (от 5 до 10 шт.), обеспечивающие наиболее полное раскрытие содержания статьи.

3.20. Для статей, подаваемых на языке, отличном от английского (на казахском или русском языке), в конце статьи находится английский блок (**Abstract, Information about authors, References**).

3.21. Все страницы рукописи следует пронумеровать.

4. ТРЕБОВАНИЯ К ОФОРМЛЕНИЮ РУКОПИСЕЙ

4.1. Объем статьи, включая аннотацию и список литературы: до 8–10 страниц. Обзорные статьи могут быть до 20 страниц. Статья должна быть напечатана на одной стороне листа А4 шрифтом Times New Roman, размер кегля 14 пт; межстрочный интервал – одинарный и полями: верхнее – 2.0 см, нижнее – 2.0 см, левое – 3.0 см, правое – 1.5 см; расстановка переносов не допускается; абзацный отступ – 1.0 см; форматирование – по ширине. Должен быть использован текстовый редактор *Microsoft Word for Windows*, в виде *doc*-файла, версия 7.0 и более поздние.

Для краткости и наглядности обсуждения соединения, упоминаемые более одного раза, следует нумеровать **арабскими** цифрами в сочетании со строчными **латинскими** буквами (для обозначения соединений с переменным заместителем). При упоминании полного названия соединения шифр дается в скобках.

Стереохимические символы и приставки, характеризующие структурные особенности или положение заместителя в молекуле, следует набирать курсивом (*italic*): (*R*)-энантиомер, *трет*-бутил, *пара*-ксилол. Вместо громоздких названий неорганических и часто употребляемых органических соединений следует давать их формулы: NaBr, TsOH вместо бромид натрия и толуолсульфоновая кислота. При использовании терминов и обозначений, не имеющих широкого применения в литературе, их значения поясняются в тексте при первом употреблении: например, полиэтилентерефталат (ПЭТФ).

Для изображения структурных формул химических соединений необходимо использовать редактор химических формул **ChemDrawUltra**. Все надписи на схемах приводятся на английском языке. В схеме необходимо указывать все условия реакций: над стрелкой – реагенты, катализаторы, растворители, под

стрелкой – температура, время, выход. Если условия реакций сильно загружают схему, их можно перенести в конец схемы, расшифровывая буквенными индексами, например, *i*: HCl, H₂O, 80 °C, 5h. Такой же буквенный индекс должен быть указан над стрелкой соответствующей реакции.

4.2. Уравнения, схемы, таблицы, рисунки и ссылки на литературу нумеруются в порядке их упоминания в тексте и *должны быть вставлены в текст статьи* после первого упоминания. Таблицы и рисунки должны сопровождаться подписью; заголовки к схемам даются при необходимости.

4.3. По возможности следует готовить **рисунки** с помощью компьютера. Однотипные кривые должны быть выполнены в одинаковом масштабе на одном рисунке. Кривые на рисунках нумеруются арабскими цифрами, которые расшифровываются в подписях к рисункам. Для всех **рисунков** необходимо представить графические файлы в формате *jpeg* с минимальным разрешением 300 dpi. Надписи на рисунках должны быть на английском языке и по возможности заменены цифрами, расшифровка которых дается в подписи к рисунку.

Одиночные прямые, как правило, не приводят, а заменяют уравнением линии регрессии. Пересечение осей координат следует располагать в левом углу рисунка, стрелки на концах осей не ставятся, линии, ограничивающие поле рисунка не приводятся, масштабная сетка не наносится. Малоинформативные рисунки, не обсуждаемые в статье спектры, вольтамперограммы и другие зависимости не публикуются. **Рисунки спектров не должны быть выполнены от руки**. Все рисунки должны иметь нумерацию арабскими цифрами (если рисунок не один). Слово «Рисунок» и наименование помещают после пояснительных данных и располагают следующим образом: Рисунок 1 – Детали прибора.

4.4. Каждая **таблица** должна иметь тематический заголовок и порядковый арабский номер (без знака №), на который дается ссылка в тексте (таблица 1). Название таблицы располагается над таблицей слева без абзацного 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); Е (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, C₅H₅N.HCl). Пример записи констант и данных элементного анализа: т.кип. 78°C (100 мм рт. ст.), т.пл. 50°C (EtOH), d₄²⁰0.9809, n_D²⁰1.5256; Найдено, %: С 59.06; Н 7.05; I 21.00; N 8.01. C_aH_bI_cN_dO_e. Вычислено, %: С 59.02; Н 7.01; I 21.20; N 8.22.

ИК и УФ спектры. В экспериментальной части для ИК и УФ спектров должны быть указаны характеристические частоты полос, длины волн максимумов поглощения, коэффициенты экстинкции (или их логарифмы) и условия, при которых записан спектр.

Примеры записи: ИК спектр (тонкий слой), ν , см⁻¹: 1650 (C=N), 3200–3440 (O–H). УФ спектр (EtOH), $\lambda_{\max}$, нм (lg ϵ): 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, DMSO-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

«*Matematicheskoe modelirovanie slozhnykh tekhnicheskikh sistem*» [Proc. Of the Bauman MSTU

«Mathematic Modeling of the Complex Technical Systems»], **2006**, No. 593, 125–130.

Описание материалов конференций:

Usmanov T.S., Gusmanov A.A., Mullagalin I.Z., Muhametshina R.Ju., Chervyakova A.N., Sveshnikov A.V. Features of the design of the field development with the use of hydraulic fracturing. *Trudy 6 Mezhdunarodnogo Simpoziuma «Novye resurso sberegayushchie tekhnologii nedropol'zovaniya i povysheniya neftegazootdachi*» [Proc. 6th Int. Symp. «New energy saving subsoil technologies and the increasing of the oil and gas impact»]. Moscow, **2007**, 267–272. (In Russ.)

Нежелательно оставлять одно переводное название конференции (в случае если нет переведенного на английский язык названия конференции), так как оно при попытке кем-либо найти эти материалы, идентифицируется с большим трудом.

Описание книги (монографии, сборника):

Nenashev M.F. *Poslednee pravitel'stvo SSSR* [Last government of the USSR]. Moscow, Krom Publ., **1993**, 221 p.

Описание переводной книги:

Timoshenko S.P., Young D.H., Weaver W. *Vibration problems in engineering*. 4th ed. New York, Wiley, 1974. 521 p. (Russ. ed.: Timoshenko S.P., Iang D.Kh., Uiver U. *Kolebaniia v inzhenernom dele*. Moscow, Mashinostroenie Publ., **1985**. 472 p.).

Brooking A., Jones P., Cox F. *Expert systems. Principles and cases studies*. Chapman and Hall, 1984. 231 p. (Russ. ed.: Bruking A., Dzhons P., Koks F. *Ekspertnye sistemy. Printsipy raboty i primery*. Moscow, Radioisviaz' Publ., **1987**. 224 p.).

Описание диссертации или автореферата диссертации:

Grigor'ev Yu. A. *Razrabotka nauchnykh osnov proektirovaniia arkhitektury raspredelennykh sistem obrabotki dannykh*. Diss. Dokt. Tekhn. Nauk [Development of scientific bases of architectural design of distributed data processing systems. Dr. tech. sci. diss.]. Moscow, Bauman MSTU Publ., **1996**. 243 p.

Описание ГОСТа:

GOST 8.596.5–2005. *Metodika vpolneniia 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., Zaniokos 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 burovykh shlamov* [The method of disposal of oil-contaminated soils, the method of disposal of waste drill cuttings]. Kumi V.V., **2013**. <http://www.freepatent.ru/patents/2491266> (accessed on 2 April 2021).

13. Kozlova, E.N., Stepanov, A.L. & Lysak, L.V. The influence of bacterial-humus preparations on the biological activity of soils polluted with oil products and heavy metals. *Eurasian Soil Sc.*, **2015**, 48, 400–409. <https://doi.org/10.1134/S1064229315020052>.

Ғылыми жарияланымның этикасы

«Қазақстанның химиялық журналы» (бұдан әрі – Журнал) баспасының алқасы мен бас редакторы «Жариялану этикасы жөніндегі комитет – (Committee on Publication Ethics – COPE)» (<http://publicationethics.org/about>), «Еуропалық ғылыми редакторлардың қауымдастығы» (European Association of Science Editors – EASE) (<http://www.ease.org.uk>) және Ғылыми жарияланым этикасының комитетінде (<http://publicet.org/code/>) қабылданылған халықаралық талаптарды ұстанады.

Баспа қызметіндегі әдепке сай емес іс - әрекеттерді (плагиат, жалған ақпарат және т.б.) болдырмауға және ғылыми жарияланымдардың жоғары сапасын қамтамасыз ету үшін, қол жеткізген ғылыми нәтижелерді жұртшылыққа жариялау мақсатында редакция алқасы, авторлар, рецензенттер, сондай-ақ баспа үдерісіне қатысатын мекемелер этикалық нормалар мен ережелерді сақтауға міндетті және олардың бұзылмауына барлық шараларды пайдалануы тиіс. Осы үдеріске қатысушылардың барлығының ғылыми жарияланымдар этикасының ережелерін сақтауы, авторлардың зияткерлік меншік объектілеріне құқықтарын қамтамасыз етуге, жарияланымдар сапасын арттыруға және авторлық құқықпен қорғалған материалдарды жеке тұлғалардың мүддесі үшін пайдалану мүмкіндігін жоюға көмектеседі.

Редакцияға жіберілген барлық ғылыми мақалалар міндетті түрде екі жақты құпия сараптамаға жіберіледі. Журналдың редакциялық алқасы мақаланың журнал тақырыбына және талаптарына сәйкестігін анықтайды, журналға тіркеу үшін оны алдын ала саралауға журналдың жауапты хатшысына жібереді. Ол қолжазбаның ғылыми құндылығын анықтап, мақала тақырыбына жақын ғылыми мамандықтары бар екі тәуелсіз сарапшыны анықтайды. Мақалаларды редакциялық алқа және редакциялық алқа мүшелері, сондай-ақ басқа елдерден 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 құпиялылығына кепілдік береді. Жариялау туралы шешім журналдың редакциялық алқасы тексергеннен кейін қабылданады. Қажет болған жағдайда (редактор(лар) және/немесе рецензент(лер) тарапынан ескертулердің болуы) қолжазба авторларға қосымша түзетулерге жіберіледі, содан кейін ол қайта қаралады. Этика нормалары бұзылған жағдайда, мақаланы жариялаудан бас тарту құқығын Редакция өзіне қалдырады. Жауапты редактор мақалада плагиат деп есептеуге жеткілікті ақпарат болған жағдайда оны жариялауға рұқсат бермейді.

Авторлар редакцияға жіберілген материалдардың жаңа, бұрын жарияланбаған және түпнұсқа екендігіне кепілдік береді. Авторлар ғылыми нәтижелердің сенімділігі мен маңыздылығына, сондай-ақ ғылыми этика қағидаттарының сақталуына, атап айтқанда, ғылыми этиканы бұзылмауына (ғылыми деректерді қолдан жасау, зерттеу деректерін бұрмалауға әкелетін бұрмалау, плагиат және жалған бірлескен авторлық, қайталау, басқа адамдардың нәтижелерін иемдену және т.б.) тікелей жауапты.

Мақаланы редакцияға беру авторлардың мақаланы (түпнұсқада немесе басқа тілдерге немесе тілден аудармада) басқа журналға(ларға) жібермегенін және бұл материалдың бұрын жарияланбағанын білдіреді. Олай болмаған жағдайда мақала

авторларға «Авторлық құқықты бұзғаны үшін мақаланы жарияламау» деген шешіммен қайтарылады. Басқа автордың туындысының 10 пайыздан астамын, оның авторлығын және дереккөзге сілтемелерді көрсетпей сөзбе-сөз көшіруге жол берілмейді. Алынған үзінділер немесе мәлімдемелер автор мен дереккөзді міндетті түрде көрсете отырып ресімделуі керек. Шамадан тыс өзге материалдарды пайдалану, сондай-ақ кез келген нысандағы плагиат, соның ішінде дәйексіз дәйексөздер, басқа адамдардың зерттеулерінің нәтижелерін иемдену этикаға жатпайды және қабылданбайды. Зерттеу барысына қатынасқан барлық тұлғалардың үлесін мойындау қажет және мақалада зерттеуді жүргізуде маңызды болған жұмыстарға сілтемелер берілуі керек. Бірлескен авторлар арасында зерттеуге қатыспаған адамдарды көрсетуге жол берілмейді.

Автор(лар) жұмыстарында қателіктер байқалса, бұл туралы дереу редакторға хабарлап, түзету туралы ұсыныс беруі тиіс.

Қолжазбаны басып шығарудан бас тарту туралы шешім рецензенттердің ұсыныстарын ескере отырып, редакция алқасының отырысында қабылданады. Редакциялық алқаның шешімімен жариялауға ұсынылмаған мақала қайта қарауға қабылданбайды. Жариялаудан бас тарту туралы хабарлама авторға электрондық пошта арқылы жіберіледі.

Журналдың редакциялық алқасы мақаланы жариялауға рұқсат беру туралы шешім қабылдағаннан кейін редакциялық алқа бұл туралы авторға хабарлайды және жариялау шарттарын көрсетеді. Мақалаға берілген пікірлердің түпнұсқасы Журнал редакциясында 3 жыл сақталынады.

Этика научных публикаций

Редакционная коллегия и главный редактор научного журнала «Химический журнал Казахстана» (далее – Журнал) придерживаются принятых международных стандартов «Комитета этики по публикациям» (Committee on Publication Ethics – COPE) (<http://publicationethics.org/about>), «Европейской ассоциации научных редакторов» (European Association of Science Editors – EASE) (<http://www.ease.org.uk>) и «Комитета по этике научных публикаций» (<http://publicet.org/code/>).

Во избежание недобросовестной практики в публикационной деятельности (плагиат, изложение недостоверных сведений и др.) и в целях обеспечения высокого качества научных публикаций, признания общественностью, полученных автором научных результатов, члены редакционного совета, авторы, рецензенты, а также учреждения, участвующие в издательском процессе, обязаны соблюдать этические стандарты, нормы и правила и принимать все меры для предотвращения их нарушений. Соблюдение правил этики научных публикаций всеми участниками этого процесса способствует обеспечению прав авторов на интеллектуальную собственность, повышению качества издания и исключению возможности неправомерного использования авторских материалов в интересах отдельных лиц.

Все научные статьи, поступившие в редакцию, подлежат обязательному двойному слепому рецензированию. Редакция Журнала устанавливает соответствие статьи профилю Журнала, требованиям к оформлению и направляет ее на первое рассмотрение ответственному секретарю Журнала, который определяет научную ценность рукописи и назначает двух независимых рецензентов – специалистов, имеющих наиболее близкие к теме статьи научные специализации. Рецензирование статей осуществляется членами редакционного совета и редакционной коллегии, а также приглашенными рецензентами других стран. Решение о выборе того или иного рецензента для проведения экспертизы статьи принимает главный редактор. Срок рецензирования составляет 2-4 недели, но по просьбе рецензента он может быть продлен, но не более чем на 2 недели.

Редакция и рецензент гарантируют сохранение конфиденциальности неопубликованных материалов присланных на рассмотрение работ. Решение о публикации принимается редакционной коллегией Журнала после рецензирования. В случае необходимости (наличие замечаний редактора(-ов) и /или рецензента(-ов)) рукопись направляется авторам на доработку, после чего она повторно рецензируется. Редакция оставляет за собой право отклонить публикацию статьи в случае нарушения правил этики. Ответственный редактор не должен допускать к публикации информацию, если имеется достаточно оснований полагать, что она является плагиатом.

Авторы гарантируют, что представленные в редакцию материалы являются новыми, ранее неопубликованными и оригинальными. Авторы несут ответственность за достоверность и значимость научных результатов, а также соблюдение принципов научной этики, в частности, недопущение фактов нарушения научной этики (фабрикация научных данных, фальсификация, ведущая к искажению исследовательских данных, плагиат и ложное соавторство, дублирование, присвоение чужих результатов и др.)

Направление статьи в редакцию означает, что авторы не передавали статью (в оригинале или в переводе на другие языки или с других языков) в другой(-ие) журнал(ы) и что этот материал не был ранее опубликован. В противном случае статья немедленно возвращается авторам с формулировкой «Отклонить статью за нарушение авторских прав». Не допускается дословное копирование более 10 процентов работы другого автора без указания его авторства и ссылок на источник. Заимствованные фрагменты или утверждения должны быть оформлены с обязательным указанием автора и первоисточника. Чрезмерные заимствования, а также плагиат в любой форме, включая неоформленные цитаты, перефразирование или присвоение прав на результаты чужих исследований, неэтичны и неприемлемы. Необходимо признавать вклад всех лиц, так или иначе повлиявших на ход исследования, в частности, в статье должны быть представлены ссылки на работы, которые имели значение при проведении исследования. Среди соавторов недопустимо указывать лиц, не участвовавших в исследовании.

Если автором(-ами) обнаружена ошибка в работе, необходимо срочно уведомить редактора и вместе принять решение об исправлении.

Решение об отказе в публикации рукописи принимается на заседании редакционной коллегии с учетом рекомендаций рецензентов. Статья, не рекомендованная решением редакционной коллегии к публикации, к повторному рассмотрению не принимается. Сообщение об отказе в публикации направляется автору по электронной почте.

После принятия 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 25.06.2025г.
Формат 70x100 ¹/₁₆. 9.62 п.л. Бумага офсетная. Тираж 300.

Типография ИП «Тойходжаев Н.О.»
г.Алматы, Алмалинский район, ул. Нурмакова, 26/195 кв. 49
e-mail: iparuna@yandex.ru