ISSN : 2311-5459

7universum.com

UNIVERSUM: ХИМИЯ И БИОЛОГИЯ

10(148)

НАУЧНЫЙ ЖУРНАЛ



Алексе́й Никола́евич Се́верцов (11 [23] сентября 1866, Российская империя — 19 декабря 1936, СССР) — русский биолог, основоположник эволюционной морфологии животных. Академик РАН / АН СССР (1920), АН УССР (1925), создатель русской школы морфологов-эволюционистов. Его именем назван Институт эволюционной морфологии и экологии животных АН СССР.
Родился 11 (23) сентября 1866 года в Москве. Сын Николая Алексеевича Северцова и Софьи Александровны Полторацкой (1832—1921)[2], внук Алексея Петровича Северцова.

В 1867 году семья переехала в село Петровское (Бобровский уезд Воронежской губернии; ныне Ясенки Бобровского района), в имение деда — Алексея Петровича Северцова. Очень рано он научился читать не только по-русски, но и по-немецки и по-французски; к 8—10 годам он уже свободно читал на всех трёх языках. Отец уделял сыну много внимания, научил охотиться, стал его первым учителем рисования. По настоянию отца его рано обучили плаванию и верховой езде.[источник не указан 224 дня]

В 1876 году переехал в Москву, поступил в гимназию Л. И. Поливанова.[источник не указан 224 дня] Осенью 1885 года, после окончания гимназии, Алексей Николаевич Северцов поступил на физико-математический факультет Московского университета. На втором курсе увлёкся биологическими науками, особенно зоологией. Ботанику он изучал сначала у И. Н. Горожанкина, а затем у К. А. Тимирязева; анатомию — у Д. Н. Зернова; геологию — у А. П. Павлова; антропологию — у Д. Н. Анучина, физику — у А. Г. Столетова; химию — у А. П. Сабанеева и В. В. Марковникова, зоологию беспозвоночных — у А. П. Богданова, зоологию позвоночных — у С. А. Усова и М. А. Мензбира.

Портрет кисти Нестерова, 1925

Почтовая марка СССР 1951 года выпуска
В 1889 году Северцов окончил университет и был оставлен при нём для приготовления к профессорскому званию[3]. После сдачи магистерских экзаменов в декабре 1893 года в качестве приват-доцента начал читать специальный курс сравнительной анатомии позвоночных для студентов Московского университета.

В эти годы он отправился со своим
Хомяковым на Волгу
отряды Дем
Никол
Ар

160 ЛЕТ СО ДНЯ РОЖДЕНИЯ
23 сентября 2026 г.

СЕВЕРЦОВ АЛЕКСЕЙ НИКОЛАЕВИЧ 1866-1936 гг.

РУССКИЙ БИОЛОГ, ОСНОВОПОЛОЖНИК ЭВОЛЮЦИОННОЙ МОРФОЛОГИИ ЖИВОТНЫХ

Г. МОСКВА

7universum.com
UNIVERSUM:
ХИМИЯ И БИОЛОГИЯ

UNIVERSUM: ХИМИЯ И БИОЛОГИЯ

Научный журнал

Издается ежемесячно с ноября 2013 года

Выпуск: 10(148)

Октябрь 2026 г.

Новосибирск
2026

ББК 24+28
U55

Главный редактор журнала:
Кван Ольга Вилориевна – д-р биол. наук.

Редакционная коллегия:
Арестова Инесса Юрьевна – канд. биол. наук;
Аронбаев Сергей Дмитриевич – д-р хим. наук, проф.;
Баженова Ольга Прокопьевна – д-р биол. наук, проф.;
Гилёв Алексей Валерьевич – д-р биол. наук;
Даминова Шахло Шариповна – д-р хим. наук, проф.;
Жаркова Наталья Николаевна – д-р с.-х. наук, доц.;
Жуманиязов Максуд Жаббиевич – д-р техн. наук, проф.;
Кадырова Гульчехра Хакимовна – д-р биол. наук;
Комарова Людмила Николаевна – д-р биол. наук, проф.;
Кунавина Елена Александровна – канд. хим. наук, доц.;
Ларионов Максим Викторович – д-р биол. наук;
Радкевич Мария Викторовна – д-р техн. наук, проф.;
Рудаков Олег Борисович – д-р хим. наук, проф.;
Севостьянова Ольга Игоревна – канд. биол. наук, доц.;
Скоркина Марина Юрьевна – д-р биол. наук, доц.;
Ткачева Татьяна Александровна – канд. хим. наук;
Шахова Валерия Николаевна – д-р биол. наук, доц.;
Шейда Елена Владимировна – д-р биол. наук;
Яковлев Иван Геннадиевич – канд. хим. наук.

U55 Universum: химия и биология : электронный научный журнал. — № 10(148). — Новосибирск : Изд-во «Юниверсум», 2026. — 380 с. — Текст : электронный. — URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/category/10148 (дата публикации: 07.10.2026).

ISSN 2311-5459
DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10
Учредитель и издатель: ООО «Юниверсум»
© ООО «Юниверсум», 2026 г.

Содержание

Статьи на русском языке

Химия

Неорганическая и аналитическая химия

Получение серосодержащего сорбента на основе тетрасульфида натрия и эпихлоргидрина и исследование его сорбционных свойств по отношению к ионам Au(III) 8
Алланов Абдигаффор Бердиёрович
Нуркулов Файзулла Нурмуминович

Хемометрический анализ образцов мёда: современные аналитические платформы, многомерная классификация и машинное обучение 20
Исматова Нозима Рахматиллоевна
Аронбаев Дмитрий Маркиэлович
Аронбаев Сергей Дмитриевич

Органическая химия

Синтез и спектроскопическая характеристика п-толуолсульфонилсемикарбазида методами ЯМР и масс-спектрометрии 39
Тураева Гулзода Юсуповна
Рахмонов Бобуржон Дилшоджон угли
Рахматова Малохат Жумаевна
Эсанов Рахмат Султон угли

Физическая химия

Исследование процесса синтеза и элементного состава металлоорганических каркасов с использованием современного аналитического метода 52
Ахмадов Маджиджон Ашраф угли
Холиков Камолиддин Абдуганиевич
Халилов Сарвар Самадович
Нурова Наргиза Дилмурод кизи
Гайбуллаева Дилдора Уктам кизи
Уракбоев Бекзод Тоштемирович

Структурно-фазовые характеристики гидротермально синтезированного цеолита NaP 64
Бахронов Хаёт Нурович
Мамадалиев Уткурбек Ахмадович
Султанов Амирхан Усубжон угли
Холмедов Хамид Махкамович
Ганиев Аброр Саттарович
Ахмедова Нодира Аминджанова

Биоорганическая химия

Синтез амидных производных индол-3-уксусной кислоты с аминокислотами и исследование их биологической активности на проростках ячменя (*Hordeum vulgare L.*) 73
Суярова Дилдора Амануллаевна
Эрбутаев Дониер Шавкат угли
Джураев Тулкин Арзикулович
Усмонов Фозил

Фитохимический состав представителей рода *Cistanche* и перспективные направления исследования для *Cistanche trivalvis* 84
Турсунов Жахонгир Исроилович
Тожибоева Шахноза Ғайрат кызы

Жирные кислоты в составе семян *Mogoltavia severzowi* 91
Умарксонов Хамидиллохон Вахобджон огли
Аскаров Иброхимджон Рахмонович
Мукимжонова Умидаксон Вахобхан кызы

Химия высокомолекулярных соединений и полимеры

Реологические свойства растворов натрий-карбоксиметилцеллюлозы в водно-этанольной среде и влияние биоактивных компонентов 100
Вахобжонов Анваржон Акрамжон угли
Шукуров Акобирхон Ибодулло угли

Уточнение надмолекулярной структуры полиэтилена по данным ИК-Фурье спектров ножничных колебаний метиленовых групп в диапазоне 1461–1474 см$^{-1}$ 108
Деев Илья Алексеевич

Влияние моностеарата глицерина на текучесть расплава композиций ПВХ с термически модифицированным рисовым крахмалом 125
Мухиддинов Баходир Фахриддинович
Истамов Хаёт Йулчиевич

Комплексная характеристика волокнистых текстильных отходов и их подготовка к переработке путем дифференцированного обесцвечивания 131
Рахмонова Саида Рахимжон кизи
Набиева Ирода Абдусаматовна
Абдумаджидов Анвар Абдумаликович
Сарымсаков Абдушкур Абдухалилович
Юлдашов Шерзод Абдуллаевич
Карабаева Барна Сабировна 1
Мирхолисов Мирафзал Музаффар ўғли
Тойшиева Зиёдаксон Ихволбек кизи

Технологические направления переработки этиленсодержащего контактного газа 145
Турсунова Наргиза Самаритдиновна

Биологическая и фармацевтическая химия

Влияние блокатора объем-зависимого анионного канала DCPIB на миграцию клеток C127 154
Исмоилова Мафтуна Алишер кизи
Рустамова Сарвиноз Исломовна
Курбанназарова Раънохон Шараповна
Мерзляк Петр Григорьевич
Сабиров Равшан Заирович

Биология

Биотехнологии и бионанотехнологии

Практическое внедрение цианобактериальных технологий в условиях Узбекистана 163
Абдумуталиева Дилнавоз Эраж кизи
Мирзаолимова Мохизар Мухаматкарим кизи
Камалова Гулнора Гулямовна

Сравнительный профиль свободных аминокислот в биомассе двух штаммов *Methylobacterium*, культивируемых на метаноле: предварительное исследование 171
Мардонов Икром Хасан угли
Бердиев Нодир Шарифович

Коллагеновые биоматериалы: структура, получение и современные направления биомедицинского применения 184
Махкамов Жавохир Нодирович

Виды рода *Astragalus* L.: ботаническое разнообразие и перспективы сохранения в центральной Азии 193
Хомидова Хурсантош Юсуф кизи
Кодиров Улугбек Хамрокулович
Турдиев Достон Эргаш угли
Жамалова Дилафруз Неъматилла кизи

Биохимия и молекулярная биология

Подготовка вторичного растительного сырья для биоконверсионных исследований жома яблока, жома томата, кожуры арбуза и вторичных продуктов переработки пшеницы 200
Матчанова Дурдона Шапуровна
Маматов Шерзод Машрабжонович
Нурмухамедова Вазира Захриддиновна
Исакова Шахноза Холтура кизи

Физиология человека и животных

Генетически-молекулярные основы видовых различий метаболизма у собак и кошек 208
Селиванова Ирина Радиевна

Экология и охрана окружающей среды

Гидроэкологическое исследование оз. Тузкан и Арнасайского водохранилища: по гидробиологическим показателям (по зообентосу) 217
Курбанов Абдулла Рухуллаевич
Титова Наталья Олеговна

Характеристика мелиоративного состояния почв региона Южного Приаралья на основе современных методов 227
Отенова Фарида Толегеновна
Мамбетуллаева Светлана Мирзамуратовна

Методы оценки эффективности фотокаталитической очистки воздуха в замкнутых системах 237
Сидикова Хулкар Гулямовна
Ваккасова Мохичеҳра Рузимурод кизи
Рузиқулова Нигина Бобомуратовна

Articles in English

Chemistry

Inorganic and Analytical Chemistry

Coordination mode, protein targets and ADMET profile of a zinc(II) complex with phenylglyoxylic acid thiosemicarbazone 244
Akhatov Javokhirkhon
Turaev Khayit
Ashurov Jamshid

Synthesis and characterization of a mixed-ligand oxovanadium (IV) complex with acetylacetonate and 2-mercaptobenzothiazole 258
Jabborova Xolida Abdusalom qizi
Ruziyeva Baxtigul Yuldashovna
Daminova Shakhlo Sharipovna

Investigation of matrix interference in extractive-photometric analysis of surfactants in water samples 266
Orziqulova Shohsanam Rustam qizi
Sultonov Marat Mirzayevich

Organic Chemistry

Study of the acylation reactions of 2-amino-6-oxopurine 276
Oripov Oybek Bekboyevich
Xalilov Sodiqjon Shokir o'gli
Saitkulov Foziljon Ergashevich
Mirvaliyev Zoid Zohidovich

Physical Chemistry

Study of the pressure dependence of water adsorption in K-MOR zeolite 288
Asfandiyorov Marufjon Mansur ugli
Kokhkharov Mirzokhid Khusanboyevich
Okhundadayev Abdugani Komiljon ugli

Bioorganic Chemistry

Investigation of the essential oil composition and macro- and microelement content of *Elaeagnus Angustifolia* L. flowers 296
Artikova Gulzor Narbaevna
Madaminova Gulzhayna Keunimzhay kizi
Akhmadjanova Guzal Urinboy kizi
Matchanov Alimjan Davlatbaevich

Determination of water-soluble vitamins in As-Gul, a honey–clove–garlic by HPLC 308
Askarov Ibrokhimjon Rakhmonovich
Kimsanova Gulrukhsor Sanjarbek qizi

Organ-specific distribution of flavonoids and free amino acids in *Astragalus Campylorrhynchus* 316
Gulomjonov Dilmurodjon Doniyorjon ugli
Khujaev Vakhobjon Umarovich
Botirov Ruzali
Tojiboyev Dostonbek Rakhimjon u'gli

Biological and Pharmaceutical Chemistry

Antiradical activity of medicinal mixtures based on *Cyperus rotundus* L., *Urtica dioica* L. and *Cinnamomum cassia* Blume 328
Kodirova Gulchehrakhon Yuldashevna

Green Chemistry and Resource-Saving Technologies

Technology for producing sulfur-containing lime-ammonium nitrate from local chalk and ammonium sulfate 334
Rasulov Oybek Kholdarali ugli
Rasulova Dilnavozkhon Alisherjon qizi
Namazov Shafaat Sattarovich

Biology

Biotechnology and Bionanotechnology

Bioconversion of oil-and-fat industry by-products into non-traditional feed ingredients using microorganisms: an analytical review of substrates, strains and scientific findings 344
Aliyeva Gavhar Validjon qizi

Ecology and Environmental Protection

Biochemical characteristics of plum (*Prunus domestica L.*) fruits and assessment of their suitability for different processed products 355
Djalilov Nodir Latipjanovich

Assessment of food safety of peach (*Prunus persica* (L.) Batsch) cultivars by fruit pH and nitrate content 362
Ergashev Tohirbek Furqat ugli

Rare mountain plants of Central Asia: biological characteristics, phytochemical profile and biotechnological prospects 370
Xaydarova Nilufar
Jamalova Dilafruz
Kodirov Ulugbek

СТАТЬИ НА РУССКОМ ЯЗЫКЕ

ХИМИЯ

НЕОРГАНИЧЕСКАЯ И АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Статья поступила в редакцию: 08.09.2026
Статья принята к публикации: 17.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 628.3+546.24+661.8

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23438

Получение серосодержащего сорбента на основе тетрасульфида натрия и эпихлоргидрина и исследование его сорбционных свойств по отношению к ионам Au(III)

Алланов Абдигаффор Бердиёрович
докторант
Каршинский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Карши
E-mail: abdigaffor.allanov.74@mail.ru

Нуркулов Файзулла Нурмуминович
д-р техн. наук, проф., заведующий отделом технологии Ташкентский научно-исследовательский институт химической технологии
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Preparation of a sulfur-containing sorbent based on sodium tetrasulfide and epichlorohydrin and investigation of its sorption properties toward Au(III) ions

Allanov Abdigaffor Berdiyorovich
Doctoral Candidate Karshi State University
Republic of Uzbekistan, Karshi

Nurkulov Fayzulla Nurmuminovich
doctor of Technical Sciences, Professor
Head of the Technology Department, Tashkent Research Institute of Chemical Technology
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Библиографическое описание: Алланов А.Б., Нуркулов Ф.Н. Получение серосодержащего сорбента на основе тетрасульфида натрия и эпихлоргидрина и исследование его сорбционных свойств по отношению к ионам Au(III) // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23438

Аннотация

В работе исследованы процессы получения нового высокоэффективного серосодержащего сорбента (NT-ЭХГ) путем химического взаимодействия тетрасульфида натрия с эпихлоргидрином, а также детально изучены закономерности извлечения ценных ионов Au(III) из водных сред различного состава. С помощью современных физико-химических методов анализа, включая ИК-Фурье-спектроскопию и атомно-абсорбционную спектрометрию, установлены структурные особенности синтезированного полимерного материала, наличие активных функциональных групп и ключевые параметры сорбционного процесса. Экспериментально выявлено, что с ростом начальной концентрации ионов Au(III) в растворе от 25 до 300 мг/л равновесная сорбционная ёмкость материала увеличивается с 10,85 до 101,67 мг/г, при этом оптимальное время достижения термодинамического равновесия составляет 120-180 мин, а максимальная эффективность извлечения наблюдается в слабокислой среде при pH ≈ 6. В ходе динамических испытаний на колонках показано, что увеличение скорости фильтрации потока от 2 до 8 мл/мин закономерно снижает динамическую ёмкость сорбента с 60 до 41 мг/г. Установлено, что полученный сорбент обладает высокой механической и регенерационной устойчивостью, сохраняя около 92 % своей исходной сорбционной активности даже после пяти последовательных циклов сорбции-десорбции. Полученные экспериментальные и теоретические данные убедительно доказывают высокую перспективность промышленного применения разработанного материала NT-ЭХГ в передовых технологиях глубокой очистки промышленных сточных вод и эффективного возврата ценных благородных металлов в замкнутый ресурсный цикл.

Abstract

The paper investigates the preparation of a novel high-efficiency sulfur-containing sorbent (NT-ECH) via the chemical interaction of sodium tetrasulfide with epichlorohydrin and examines the regularities of Au(III) ion extraction from aqueous media of various compositions. The structural features, active functional groups, and sorption parameters were determined using FT-IR spectroscopy and atomic absorption spectrometry. It was established that with an increase in the initial Au(III) concentration from 25 to 300 mg/L, the equilibrium sorption capacity increases from 10.85 to 101.67 mg/g, while the practical equilibrium is reached within 120 – 180 min, and the maximum sorption activity is observed at a weakly acidic medium of pH ≈ 6. Dynamic column tests showed that increasing the flow rate from 2 to 8 mL/min reduces the dynamic capacity from 60 to 41 mg/g. Furthermore, the sorbent exhibits high mechanical and regeneration stability, retaining approximately 92 % of its initial activity after five successive sorption-desorption cycles. The obtained results demonstrate the high potential of NT-ECH for application in advanced industrial wastewater treatment technologies and the effective recovery of valuable metal components into a closed resource cycle.

Ключевые слова: промышленные сточные воды, сорбция, серосодержащий сорбент, тетрасульфид натрия, эпихлоргидрин, Au(III), ресурсосбережение.

Keywords: industrial wastewater, sorption, sulfur-containing sorbent, sodium tetrasulfide, epichlorohydrin, Au(III), resource conservation.

Введение

Интенсификация промышленного производства сопровождается увеличением объёмов технологических и сточных вод, содержащих соединения различных металлов. Ионы тяжёлых и потенциально токсичных металлов, в отличие от большинства органических загрязнителей, не подвергаются полному биохимическому разложению и способны длительное время сохраняться в компонентах окружающей среды. В водных объектах они могут находиться в растворённом состоянии, связываться со взвешенными частицами, накапливаться в донных отложениях и при изменении условий среды вновь переходить в водную фазу, формируя источник вторичного загрязнения [8; 4].

В условиях Узбекистана ограниченность водных ресурсов и аридный климат повышают значимость глубокой очистки промышленных сточных вод и их повторного использования [5]. Современные технологии водоочистки должны обеспечивать не только снижение содержания загрязняющих веществ, но и возможность возврата очищенной воды в технологический цикл, уменьшения объёма вторичных отходов и извлечения ценных компонентов.

Среди методов удаления ионов металлов сорбционные процессы выделяются технологической простотой, эффективностью при низких концентрациях и возможностью регенерации сорбентов. Однако результативность сорбции во многом определяется химической природой функциональных центров материала. В связи с этим разработка сорбентов, содержащих функциональные группы, способные селективно взаимодействовать с определёнными ионами металлов, является актуальной научной задачей [6; 11].

Особый интерес представляют серосодержащие полимерные и полимероподобные сорбенты. Атомы серы в их структуре могут формировать активные центры, благоприятные для координационного взаимодействия с металлсодержащими частицами. Реакция тетрасульфида натрия с эпихлоргидрином сопровождается раскрытием эпоксидного цикла и образованием функциональной структуры, содержащей гидроксипропильные и полисульфидные фрагменты. Такая структура сочетает кислород- и серосодержащие центры, способные участвовать в связывании ионов металлов [2; 14].

Сорбционное извлечение Au(III) из водных технологических сред представляет интерес с экологической и ресурсосберегающей точек зрения. Этот процесс позволяет одновременно очищать жидкую фазу, концентрировать ценный металлический компонент и потенциально возвращать его в технологический цикл. Поэтому разработка материалов с высокой сорбционной ёмкостью, устойчивостью в динамических условиях и способностью сохранять активность после регенерации имеет существенное практическое значение [9; 12; 13].

В настоящей работе исследованы сорбционные свойства серосодержащего сорбента NT-ЭХГ, полученного на основе тетрасульфида натрия и эпихлоргидрина, по отношению к ионам Au(III). Оценено влияние начальной концентрации, продолжительности контакта, pH среды и скорости потока на эффективность процесса. Дополнительно исследованы регенерационная устойчивость и возможность повторного использования сорбента [7; 15; 3].

Таким образом, создание серосодержащих сорбентов, сочетающих высокую сорбционную активность, возможность работы в статическом и динамическом режимах и регенерационную устойчивость, является перспективным направлением для очистки металлсодержащих водных сред и возврата ценных компонентов в ресурсный цикл [10; 1].

Целью работы являлось получение сорбента NT-ЭХГ на основе тетрасульфида натрия и эпихлоргидрина для извлечения ионов Au(III) из водных сред, установление основных физико-химических и технологических закономерностей сорбции и оценка перспектив его применения в ресурсосберегающих процессах водоочистки.

Материалы и методы

Серосодержащий сорбент NT-ЭХГ получали взаимодействием тетрасульфида натрия с эпихлоргидрином. Полисульфидный раствор предварительно синтезировали в водной среде при нагревании гидроксида натрия с элементарной серой. После фильтрования в полученный раствор при 60 – 70 °C дозированно вводили эпихлоргидрин при непрерывном перемешивании. Реакционную смесь выдерживали, образовавшийся полимероподобный продукт отделяли, промывали дистиллированной водой и высушивали. Формирование сорбента связано с раскрытием эпоксидного цикла эпихлоргидрина и включением полисульфидных фрагментов в структуру материала.

Функциональный состав полученного сорбента исследовали методом ИК-Фурье-спектроскопии на приборе SHIMADZU IRAffinity-1S. Концентрацию Au(III) в исходных и равновесных растворах определяли методом атомно-абсорбционной спектрометрии на SHIMADZU AA-7000.

Сорбционные свойства NT-ЭХГ исследовали в статических условиях с использованием растворов $H[AuCl_4]$ с начальными концентрациями Au(III) 25, 50, 100, 200 и 300 мг/л. Систему «сорбент-раствор» выдерживали 24 ч при периодическом перемешивании, после чего фазы разделяли фильтрованием и определяли равновесную концентрацию Au(III).

Равновесную сорбционную ёмкость рассчитывали по формуле:

$$q_e = ((C_0 - C_e) \cdot V)/m$$

а степень извлечения Au(III):

$$\alpha = ((C_0 - C_e)/ C_0) \cdot 100\ \%$$

где C_0 и C_e - начальная и равновесная концентрации Au(III), мг/л; V – объём раствора, л; m - масса сорбента, г.

Кинетику сорбции исследовали при непрерывном перемешивании со скоростью 200 об/мин. Концентрацию Au(III) определяли через 5, 10, 20, 40, 60, 120 и 180 мин. Влияние кислотности среды оценивали в диапазоне pH 2-9 при постоянных значениях массы сорбента, объёма раствора, температуры и времени контакта.

Динамические испытания проводили в стеклянной колонне, содержащей 2,0 г NT-ЭХГ. Раствор Au(III) пропускали через слой сорбента со скоростью 2, 4, 6 и 8 мл/мин. Эффективность процесса оценивали по времени прорыва, времени насыщения и динамической сорбционной ёмкости.

Регенерационную устойчивость сорбента изучали в пяти последовательных циклах сорбции-десорбции. Десорбцию Au(III) проводили смесью 0,7 М тиомочевины и 0,2 %-ного раствора HCl, после чего сорбент промывали дистиллированной водой до нейтральной реакции среды и повторно использовали.

Результаты и обсуждение

Формирование и спектроскопическая характеристика NT-ЭХГ. Взаимодействие тетрасульфида натрия с эпихлоргидрином сопровождалось образованием полимероподобного серосодержащего продукта. При увеличении продолжительности реакции от 0,5 до 3,0 ч выход сорбента последовательно возрастал и достиг максимума 8,75 %. При дальнейшем увеличении времени до 3,5 ч выход уменьшался до 6,4 %. Поэтому для исследованного диапазона продолжительность 3 ч была принята как рациональная. Наличие экстремума на зависимости «время - выход» указывает, что после завершения основной стадии формирования материала дальнейшее пребывание продукта в реакционной среде не обеспечивает дополнительного прироста выхода и может сопровождаться вторичными превращениями полисульфидных фрагментов (Рис. 1,2).

ИК-спектроскопия показала заметную перестройку функциональных групп исходного эпихлоргидрина. Для него характерны полосы 1170,79; 1085,92 и 1001,70 $см^{-1}$, связанные с C-O-C-фрагментом эпоксидного цикла, а также сигналы 958,62; 908,47 и 852,54 $см^{-1}$. В спектре NT-ЭХГ наблюдались полосы 1232,51 и 1082,07 $см^{-1}$, соответствующие C-O и C-O-C связям, что согласуется с раскрытием эпоксидного цикла и образованием гидроксипропильных структурных единиц.

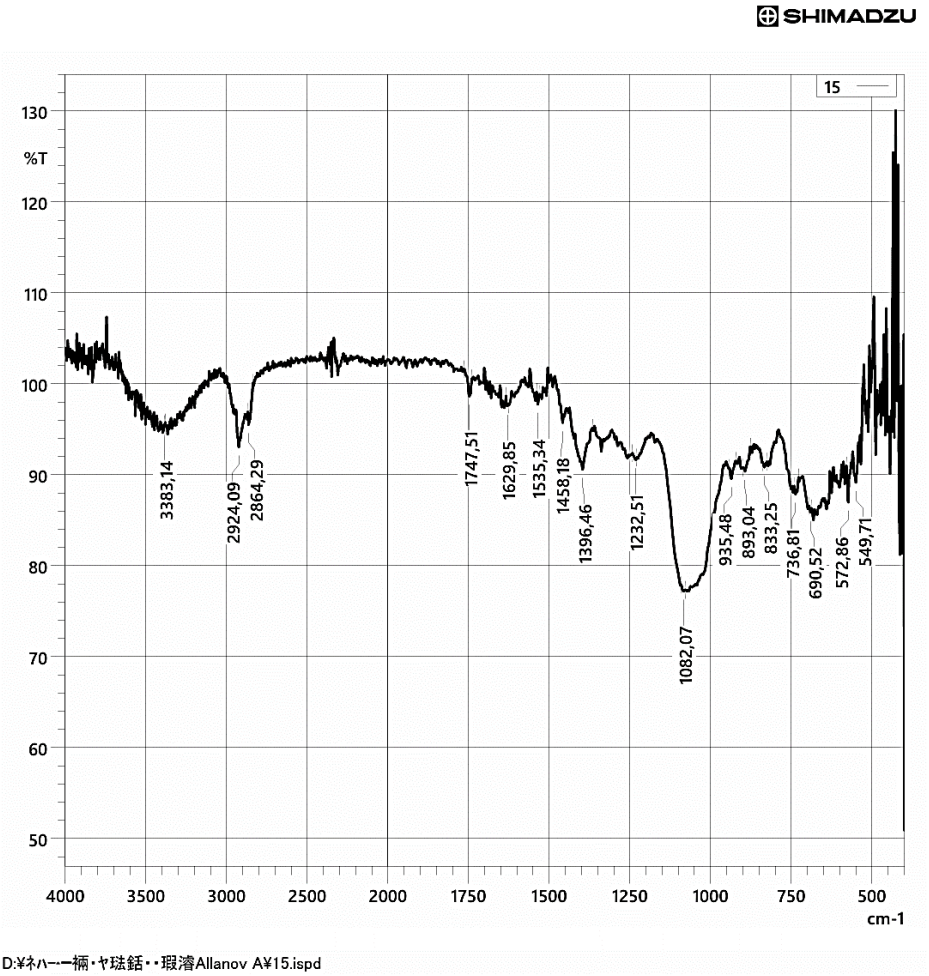


Рисунок 1. ИК-спектр сорбента NT-ЭХГ, полученного на основе тетрасульфида натрия и эпихлоргидрина

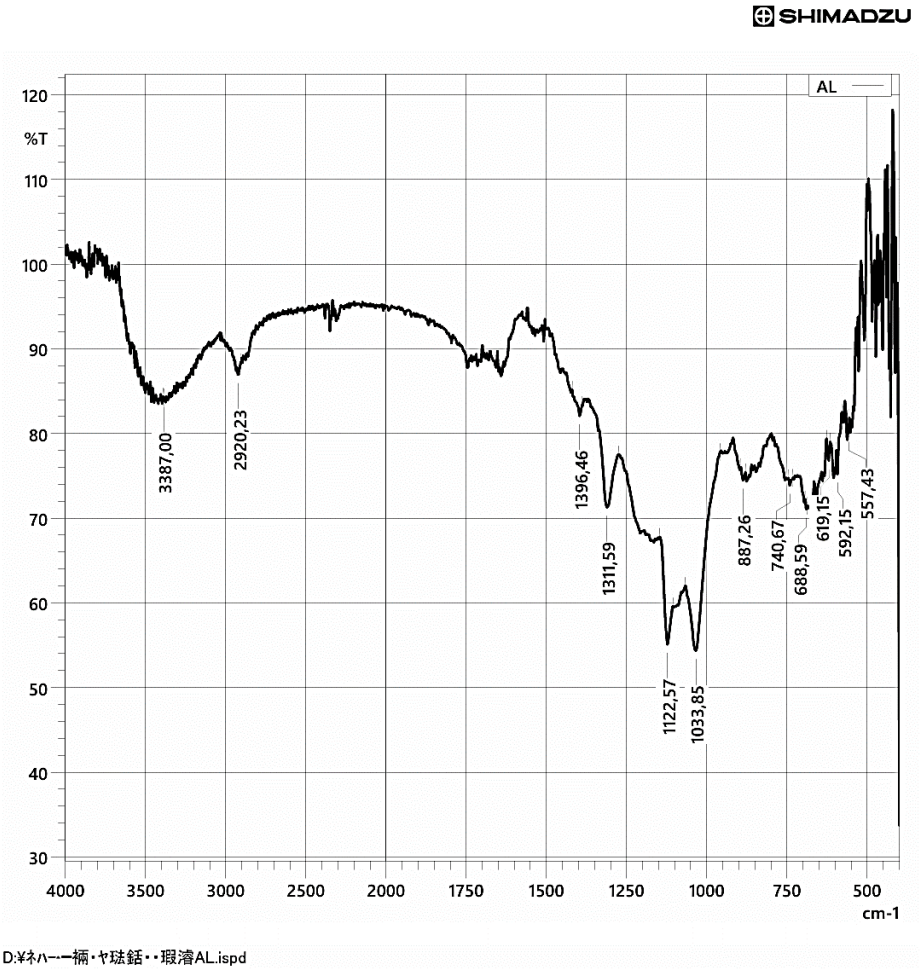


Рисунок 2. ИК-спектр сорбента NT-ЭХГ после сорбции ионов Au(III)

После сорбции Au(III) изменения фиксировались также в низкочастотной области 740,67-517,43 $см^{-1}$, где могут проявляться C-S, S-S и скелетные колебания полисульфидной цепи. Это является косвенным спектроскопическим свидетельством участия серосодержащих центров во взаимодействии с Au(III). Полученные данные позволяют рассматривать сформированную полисульфидную структуру как функциональную основу сорбционной активности NT-ЭХГ.

Влияние начальной концентрации Au(III). Начальная концентрация Au(III) существенно влияла на равновесные характеристики процесса. При увеличении C_0 от 25 до 300 мг/л сорбционная емкость q_e возрастала с 10,85 до 101,67 мг/г, в то время как степень извлечения снижалась с 86,80 до 67,80 %.

Таблица 1.

Статическая сорбция Au(III) на NT-ЭХГ

C_0, мг/л	C_e, мг/л	q_e, мг/г	α, %
25	3,30	10,85	86,80
50	7,40	21,30	85,20
100	18,20	40,90	81,80
200	52,50	73,75	73,75
300	96,70	101,67	67,80

Рост q_e связан с увеличением концентрационного градиента и поступлением большего количества Au(III) к доступным функциональным центрам. Одновременно снижение α при неизменной массе сорбента указывает на постепенное заполнение активных участков: при высокой исходной концентрации абсолютное количество поглощенного металла возрастает, однако его доля от общего содержания в растворе уменьшается.

Для практической оценки эти два показателя следует рассматривать совместно. При очистке разбавленных водных сред определяющей является степень извлечения, тогда как для концентрированных технологических растворов существенное значение имеет удельная емкость сорбента. Максимальное экспериментально установленное значение q_e 101,67 мг/г относится только к исследованному диапазону концентраций.

Кинетика сорбции Au(III). Наиболее интенсивное поглощение Au(III) наблюдалось в первые 40-60 мин контакта. За первые 40 мин q_t увеличивалось с 6,1 до 32,6 мг/г, к 60-й минуте достигало 36,1 мг/г. В дальнейшем прирост замедлялся: значения при 120 и 180 мин составили 39,6 и 40,1 мг/г.

Таблица 2.

Кинетические показатели сорбции

t, мин	C, мг/л	q, мг/г
5	89	6,1
10	72	14,6
20	54	23,6
40	36	32,6
60	26	36,1
120	22	39,6
180	21	40,1

Быстрый начальный участок зависимости соответствует высокой доступности свободных центров и значительному градиенту концентрации. По мере их заполнения скорость процесса уменьшается, а вклад более медленного переноса ионов к менее доступным участкам материала возрастает. Незначительное различие между результатами 120 и 180 мин показывает, что система к этому интервалу приближается к практическому равновесию.

Таким образом, увеличение продолжительности контакта свыше 120 мин дает лишь небольшой дополнительный прирост емкости. Для технологического режима это важно, поскольку выбор чрезмерно длительной стадии сорбции может увеличить продолжительность обработки без существенного повышения степени использования материала.

Динамическая сорбция и влияние скорости потока. Колонные испытания подтвердили зависимость эффективности NT-ЭХГ от гидродинамического режима. При увеличении скорости потока от 2 до 8 мл/мин время прорыва уменьшалось с 171 до 63 мин, время насыщения - с 251 до 112 мин, а динамическая емкость - с 60 до 41 мг/г.

Таблица 3.

Результаты динамических колонных опытов

Q, мл/мин	$t_β$, мин	t, мин	q_d, мг/г
2	171	251	60
4	119	186	54
6	88	144	47
8	63	112	41

Снижение показателей при повышении Q связано прежде всего с сокращением времени пребывания раствора в сорбционном слое. При малой скорости создаются более благоприятные условия для внешнего массопереноса, диффузии и взаимодействия Au(III) с функциональными центрами. При ускорении потока часть сорбата покидает колонну до полного использования потенциально доступной емкости материала.

Аналогичная тенденция установлена для динамической объемной емкости. При Q = 2; 4; 6; 8 и 10 мл/мин она составляла 2,96; 2,71; 2,43; 2,19 и 1,96 моль/л соответственно, а время прорыва уменьшалось с 182 до 82 мин. В исследованных условиях наиболее эффективное использование сорбционного слоя наблюдалось при минимальной скорости потока.

Регенерационная устойчивость и статическая объемная емкость

Возможность повторного применения NT-ЭХГ оценивали в пяти последовательных циклах сорбции-десорбции. После каждого цикла Au(III) удаляли смесью 0,7 М тиомочевины и 0,2 %-ного HCl, после чего сорбент промывали и повторно использовали.

Таблица 4.

Регенерационная устойчивость NT-ЭХГ

Цикл	q_s, мг/г	q_d, мг/г	R_n, %
1	62	59	100
2	61	58	98
3	60	57	96
4	59	56	94
5	58	55	92

После пятого цикла статическая емкость снизилась с 62 до 58 мг/г, динамическая - с 59 до 55 мг/г, а сохранившаяся активность составила 92 %. Постепенное уменьшение показателей может быть связано с неполной регенерацией части центров и остаточным удерживанием Au(III) в менее доступных участках структуры. Однако отсутствие резкого падения активности указывает на возможность многократного использования материала.

Статическая объемная емкость возрастала с увеличением C_0 от 0,10 до 0,50 моль/л: 0,71; 1,45; 2,19; 2,81 и 3,29 моль/л соответственно. Значение 3,29 моль/л следует рассматривать как наибольшее полученное в исследованном диапазоне, а не как абсолютную предельную емкость, поскольку полного выхода зависимости на плато не зафиксировано.

Влияние pH и эколого-технологическая оценка.

Кислотность среды являлась одним из ключевых факторов сорбции. При pH = 2 емкость составляла около 48 мг/г, при pH = 4 - 75-80 мг/г, при pH = 5 превышала 90 мг/г, а максимальное значение около 100 мг/г отмечено при pH ≈ 6. При дальнейшем повышении pH наблюдалось снижение, и при pH = 9 q_e составляло около 72 мг/г.

Таблица 5.

Влияние pH на сорбционную емкость

pH	q_e, мг/г
2	≈48
4	≈75-80
5	>90
≈6	≈100
9	≈72

Пониженная эффективность в сильно кислой среде может быть связана с протонированием функциональных центров и конкуренцией H^+. При повышении pH эти ограничения ослабевают. Снижение после pH ≈ 6, вероятно, обусловлено совокупным влиянием зарядового состояния поверхности, OH^- и изменением форм Au(III) в растворе, поэтому сводить наблюдаемую зависимость к одному механизму некорректно.

В совокупности результаты показывают, что NT-ЭХГ характеризуется высокой сорбционной емкостью, достижением практического равновесия примерно за 120-180 мин, работоспособностью в колонном режиме и сохранением 92 % активности после пяти циклов. Возможность регенерации уменьшает потребность в свежем сорбенте и потенциально снижает образование вторичных отходов, что соответствует принципам ресурсосбережения.

С позиции охраны окружающей среды NT-ЭХГ представляет интерес как регенерируемый материал для извлечения металлов из водных технологических сред и концентрирования ценного компонента. Поскольку результаты получены преимущественно для модельных растворов Au(III), промышленное применение требует дополнительной проверки на реальных многокомпонентных сточных водах.

Заключение

В результате исследования получен серосодержащий сорбент NT-ЭХГ на основе тетрасульфида натрия и эпихлоргидрина и установлены основные закономерности извлечения Au(III) из водных сред. Показано, что увеличение начальной концентрации Au(III) от 25 до 300 мг/л приводит к росту равновесной сорбционной ёмкости от 10,85 до 101,67 мг/г, а практическое равновесие достигается в интервале 120-180 мин.

Наиболее высокая сорбционная активность наблюдалась при pH около 6. В динамических условиях увеличение скорости потока от 2 до 8 мл/мин сопровождалось снижением динамической ёмкости от 60 до 41 мг/г, что подтверждает существенное влияние времени контакта на эффективность процесса.

После пяти циклов сорбции-десорбции сорбент сохранял 92 % первоначальной активности, что свидетельствует о его регенерационной устойчивости и возможности повторного применения. Полученные результаты позволяют рассматривать NT-ЭХГ как

перспективный функциональный материал для сорбционного извлечения металлсодержащих компонентов из водных технологических сред. Для подтверждения его эффективности в промышленной практике необходимы дальнейшие исследования на реальных многокомпонентных сточных водах.

Список литературы

1. Al-Ghouti M.A., Da'ana D.A. Guidelines for the use and interpretation of adsorption isotherm models: A review // Journal of Hazardous Materials. – 2022. – T. 424. – P. 127–141. – DOI: 10.1016/j.jhazmat.2021.127383.
2. Changes in the environmental condition of soil and plants under the influence of industrial enterprises (in the case of the Almalyk Mining and Metallurgical Combine) // E3S Web of Conferences. – 2024. – T. 539. – DOI: 10.1051/e3sconf/202453901020.
3. Crini G., Lichtfouse E. Advantages and disadvantages of sorption processes for wastewater treatment // Environmental Chemistry Letters. – 2020. – T. 17, № 1. – P. 145–155. – DOI: 10.1007/s10311-018-0786-9.
4. Fornasaro S., Ghezzi L., Shukurov N., Petrov M., Petrini R. Water quality and dissolved load in the Chirchik and Akhangaran river basins (Uzbekistan, Central Asia) // Environmental Monitoring and Assessment. – 2024. – T. 196. – DOI: 10.1007/s10661-024-13014-1.
5. Fornasaro S., Ghezzi L., Arrighi S., Shukurov N., Petrov M., Tomei A., Petrini R. Geochemistry and risk assessment of potentially toxic elements in surface river sediments (Chirchik-Akhangaran basin, Uzbekistan) // Environmental Geochemistry and Health. – 2025. – T. 47. – P. 1–20. – DOI: 10.1007/s10653-025-02441-9.
6. Gapporov Kh., Kulmatov R., Opp Ch. Assessment of quantity and quality indicators of water resources in the Zarafshan River basin (within the territory of Uzbekistan) // E3S Web of Conferences. – 2025. – T. 623. – P. 1–8. – DOI: 10.1051/e3sconf/202562301010.
7. Karimov I.A., Tojiyev S.S. Atrof-muhit monitoringi va suv resurslarini muhofaza qilishning zamonaviy usullari // O‘zbekiston Kimyo Jurnali. – 2024. – № 2. – P. 45–53.
8. Ministry of Ecology, Environmental Protection and Climate Change of the Republic of Uzbekistan. National State of the Environment Report: Uzbekistan. IISD, 2023/2024. -C. 1–125. – IISD, 2024.
9. O‘zbekiston Respublikasi Ekologiya vazirligi. Sanoat korxonalarining oqova suvlarini tozalash bo‘yicha 2024-yil ma’lumotlari. – O'zbekiston Respublikasi Ekologiya vazirligi, 2024. – 45 P.
10. Shaykulov B.K., Nurkulov F.N., Djalilov A.T. Izucheniye fiziko-khimicheskikh svoystv sopolymerov sintezirovannykh na osnove akrilovoy kislotы // «Razvitiye nauki i tekhnologiy» nauchno-tekhnicheskiy jurnal. – 2022. – № 5. – P. 110–114.
11. Shukurov N., Kodirov O., Peitzsch M., Kersten M., Pen-Mouratov S., Steinberger Y. Coupling geochemical, mineralogical and microbiological approaches to assess the health of contaminated soil around the Almalyk mining and smelter complex, Uzbekistan // Science of the Total Environment. – 2014. – T. 476. – P. 447–459. – DOI: 10.1016/j.scitotenv.2014.01.031.

12. Smith J.A., Harrison R.M. Industrial wastewater treatment and heavy metal pollution: A global review // Journal of Environmental Management. – 2022. – T. 302. – P. 114–128. – DOI: 10.1016/j.jenvman.2021.114090.
13. Turner A. Bioaccumulation of toxic elements in aquatic ecosystems: Mechanisms and ecological risks // Environmental Pollution. – 2021. – T. 285. – P. 117–132. – DOI: 10.1016/j.envpol.2021.117132.
14. UNECE. Fourth Environmental Performance Review of Uzbekistan. 2026. -P. 1–310. – UNECE, 2026. – 310 c.
15. Wang Q., Kim D. Advanced oxidation and separation technologies for industrial effluent treatment: A comparative study // Water Research. – 2023. – T. 235. – P. 119–134. – DOI: 10.1016/j.watres.2023.119134.

Статья поступила в редакцию: 25.09.2026
Статья принята к публикации: 30.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 543.42+004.9+631.147

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23482

Хемометрический анализ образцов мёда: современные аналитические платформы, многомерная классификация и машинное обучение

Исматова Нозима Рахматиллоевна
соискатель, PhD
Самаркандский государственный университет им. Ш. Рашидова
Республика Узбекистан, г. Самарканд
E-mail: nozimarahmatovna63@gmail.ru

Аронбаев Дмитрий Маркиэлович
канд. хим. наук, доц.
Самаркандский государственный университет им. Ш. Рашидова
Республика Узбекистан, г. Самарканд
E-mail: diron51@mail.ru

Аронбаев Сергей Дмитриевич
д-р хим. наук, проф.
Самаркандский государственный университет им. Ш. Рашидова
Республика Узбекистан, г. Самарканд

Chemometric analysis of honey samples: modern analytical platforms, multivariate classification, and machine learning

Ismatova Nozima
PhD Candidate
Samarkand State University named after Sharof Rashidov
Republic of Uzbekistan, Samarkand

Aronbaev Dmitry
candidate of Chemical Sciences, Associate Professor
Samarkand State University named after Sharof Rashidov
Republic of Uzbekistan, Samarkand

Aronbaev Sergey
doctor of Chemical Sciences, Professor
Samarkand State University named after Sharof Rashidov
Republic of Uzbekistan, Samarkand

Библиографическое описание: Исматова Н.Р., Аронбаев Д.М., Аронбаев С.Д. Хемометрический анализ образцов мёда: современные аналитические платформы, многомерная классификация и машинное обучение // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23482

Аннотация

Достоверная оценка подлинности мёда осложняется высокой природной вариабельностью его состава, обусловленной ботаническим и географическим происхождением, климатическими и сезонными факторами, технологией получения и условиями хранения. Перекрывание диапазонов содержания отдельных компонентов ограничивает информативность традиционного однофакторного контроля и определяет необходимость перехода к анализу многомерных химических профилей.

Цель. Систематизировать современные хемометрические подходы к аутентификации мёда, сопоставить аналитические возможности инструментальных платформ и методов многомерной классификации и сформулировать практические принципы построения воспроизводимой системы установления ботанического и географического происхождения и выявления фальсификации.

Материалы и методы. Обобщены преимущественно наиболее актуальные научные публикации 2023–2026 гг., отражающие современное состояние хемометрического анализа мёда. Рассмотрены FTIR/NIR, Raman, UV–Vis и флуоресцентная спектроскопия, ЯМР, HPLC/LC–MS, GC–MS, ICP–MS, LIBS и вольтамперометрический электронный язык в сочетании с PCA, HCA, PLS/PLS-DA, SIMCA/DD-SIMCA, SVM/SVR, Random Forest, нейросетевыми и ансамблевыми методами. Особое внимание уделено предобработке данных, отбору информативных признаков, предупреждению переобучения и независимой валидации моделей.

Результаты и научная новизна. На основе сравнительного анализа показано, что наибольший потенциал имеет не отдельный инструментальный метод, а интеграция взаимодополняющих спектральных, хроматографических, элементных и электрохимических профилей. Научная новизна обзора состоит в системном рассмотрении аналитической платформы, хемометрической обработки и процедуры валидации как единой системы аутентификации, а также в разработке концепции её адаптации к региональным особенностям мёда Центральной Азии.

Практическое значение. Предложена многоуровневая схема исследования мёда Узбекистана, предусматривающая создание региональной референсной библиотеки и сочетание доступных скрининговых методов UV–Vis, ATR-FTIR и вольтамперометрического профилирования с выборочным элементным анализом ICP-OES/ICP-MS и последующей интеграцией данных. Такой подход может стать основой национальной системы контроля подлинности, выявления фальсификации и подтверждения происхождения мёда.

Abstract

Reliable assessment of honey authenticity is complicated by the high natural variability of its composition, which is influenced by botanical and geographical origin, climatic and seasonal factors, production practices, and storage conditions. Overlapping concentration ranges of individual constituents limit the discriminatory power of conventional univariate analysis and highlight the need for approaches based on multidimensional chemical profiles.

Purpose. This review aims to systematize current chemometric approaches to honey authentication, compare the analytical capabilities of instrumental platforms and multivariate classification methods, and formulate practical principles for developing reproducible systems for determining botanical and geographical origin and detecting adulteration.

Materials and methods. The review focuses primarily on the most recent scientific literature published in 2023–2026, reflecting the current state of chemometric analysis of honey. FTIR/NIR, Raman, UV–Vis and fluorescence spectroscopy, NMR, HPLC/LC–MS, GC–MS, ICP–MS, LIBS, and voltammetric electronic tongue systems are considered in combination with PCA, HCA, PLS/PLS-DA, SIMCA/DD-SIMCA, SVM/SVR, Random Forest, neural-network, and ensemble approaches. Particular attention is given to data preprocessing, selection of informative features, prevention of overfitting, and independent model validation.

Results and scientific novelty. Comparative analysis demonstrates that the greatest potential lies not in any single instrumental technique, but in the integration of complementary spectral, chromatographic, elemental, and electrochemical profiles. The novelty of this review lies in considering the analytical platform, chemometric data processing, and validation strategy as interconnected components of a unified authentication system, and in developing a framework for adapting this approach to the regional characteristics of Central Asian honey.

Practical significance. A multilevel strategy is proposed for studying honey produced in Uzbekistan. It involves establishing a regional reference library and combining accessible screening techniques, including UV–Vis, ATR-FTIR, and voltammetric profiling, with selective ICP-OES/ICP-MS elemental analysis and subsequent data integration. This approach may provide a practical basis for a national system for honey authenticity control, adulteration detection, and verification of botanical and geographical origin.

Ключевые слова: мёд, хемометрия, аутентификация, фальсификация, PCA, PLS-DA, машинное обучение, FTIR, NIR, Raman, электронный язык, спектральный отпечаток.

Keywords: honey, chemometrics, authentication, adulteration, PCA, PLS-DA, machine learning, FTIR, NIR, Raman spectroscopy, electronic tongue, spectral fingerprinting.

1. Введение

Мёд относится к пищевым продуктам с высокой природной вариабельностью состава. Помимо преобладающих фруктозы и глюкозы, в нём присутствуют вода, дисахариды и олигосахариды, органические кислоты, аминокислоты, белки и ферменты, фенольные соединения, пигменты, летучие вещества и минеральные элементы. Их относительное содержание зависит от нектароносных растений, почвенно-климатических условий, сезона, зрелости мёда и технологии обработки. Поэтому два подлинных образца одного заявленного типа могут заметно различаться, а фальсифицированный продукт после целенаправленной коррекции отдельных физико-химических показателей может формально соответствовать нормативным диапазонам.

Проблема особенно значима для дорогих монофлорных и региональных сортов. Наиболее распространёнными нарушениями являются добавление дешёвых сахарных сиропов, смешивание мёда различного происхождения, неверное указание ботанического или

географического происхождения, интенсивное нагревание и длительное хранение. Современные обзоры подчёркивают, что надёжная аутентификация всё чаще строится не на одном маркере, а на совокупности аналитических сигналов и многомерном статистическом моделировании [14, 19, 34, 36].

Хемометрический подход принципиально отличается от традиционной интерпретации результата «показатель — норматив». Каждый образец рассматривается как точка в многомерном пространстве признаков. Такими признаками могут быть интенсивности поглощения на сотнях длин волн, токи на множестве потенциалов, площади хроматографических пиков, концентрации элементов или метаболитов. Задача хемометрии состоит в извлечении устойчивой структуры из этого массива, выявлении скрытых групп, построении классификационных границ и количественных прогнозных моделей.

Цель настоящего обзора — систематизировать современные направления хемометрического анализа мёда, показать аналитическую ценность различных инструментальных платформ, сопоставить алгоритмы классификации и регрессии и сформулировать практические рекомендации для построения воспроизводимой системы аутентификации образцов мёда, включая перспективы её применения к продукции Узбекистана и Центральной Азии.

2. Материалы и методы

Настоящая работа выполнена в формате аналитического обзора современных методов хемометрического анализа, аутентификации и выявления фальсификации мёда. Поиск научных публикаций проводили с использованием международных библиографических и реферативных баз данных Scopus, Web of Science Core Collection и PubMed. Для расширенного поиска релевантных публикаций и отслеживания связанных работ дополнительно использовали Google Scholar, а корректность библиографических метаданных и цифровых идентификаторов публикаций (DOI) при необходимости уточняли по данным Crossref.

Основное внимание уделяли публикациям 2023–2026 гг., характеризующим современный этап развития спектроскопических, хроматографических, масс-спектрометрических, элементных и электрохимических методов анализа мёда в сочетании с хемометрией и алгоритмами машинного обучения. Более ранние исследования включали в обзор в тех случаях, когда они имели существенное методологическое значение для рассматриваемого направления.

Поиск проводили по комбинациям англоязычных ключевых слов: honey, authentication, adulteration, chemometrics, machine learning, botanical origin, geographical origin, spectroscopy, FTIR, NIR, Raman, UV–Vis, fluorescence, NMR, HPLC, LC–MS, GC–MS, ICP–MS, LIBS, voltammetric electronic tongue, PCA, PLS-DA, SIMCA, DD-SIMCA, SVM и Random Forest. Ключевые слова объединяли с использованием логических операторов AND и OR.

При формировании литературной выборки приоритет отдавали оригинальным рецензируемым исследованиям и современным обзорным публикациям, посвящённым: (1) установлению ботанического и географического происхождения мёда; (2) выявлению фальсификации сахарными сиропами и смесями различных типов мёда; (3) получению

спектральных, хроматографических, элементных, метаболомных и электрохимических fingerprints; (4) применению методов многомерного статистического анализа и машинного обучения для классификации, моделирования класса и количественного прогнозирования.

В анализ включали публикации, содержащие достаточную информацию об используемой аналитической платформе, характере получаемых данных, применённых хемометрических алгоритмах и результатах классификации или количественного моделирования. Особое внимание уделяли исследованиям, в которых представлены сведения о предобработке данных, отборе информативных признаков, формировании обучающей и тестовой выборок, перекрёстной и/или внешней валидации моделей.

3. Результаты и обсуждение

Проведённый анализ литературы показывает, что современная аутентификация мёда развивается в направлении перехода от определения отдельных химических показателей к анализу многомерных аналитических fingerprints. При этом диагностическая способность метода определяется не только химической информативностью используемой аналитической платформы, но и способом предобработки данных, выбором хемометрического алгоритма, структурой обучающей выборки и корректностью валидации модели. Поэтому результаты анализа целесообразно рассматривать последовательно на трёх уровнях: формирование многомерного аналитического сигнала, извлечение из него классификационной или прогностической информации и оценка устойчивости полученной модели.

3.1. Многомерная структура аналитических данных и необходимость хемометрического подхода

В классическом лабораторном контроле измеряют влажность, электропроводность, свободную кислотность, содержание гидроксиметилфурфурола, диастазное число, пролин, редуцирующие сахара и сахарозу. Эти параметры необходимы для оценки качества, но их дискриминирующая способность в отношении происхождения ограничена. Для географической классификации турецкого соснового мёда, например, использовалась совокупность изотопных, мелиссопалинологических и физико-химических характеристик; информативность возникала именно за счёт многомерного сочетания показателей [35].

Математически набор данных можно представить матрицей X размерности $n \times p$, где n — число образцов, а p — число аналитических переменных. При спектроскопии p легко достигает сотен или тысяч, тогда как число независимых образцов часто ограничено десятками. Возникает типичная проблема $p \gg n$: высокая коллинеарность, шум, риск случайных корреляций и переобучения. Поэтому корректная стратегия должна включать предварительную обработку, снижение размерности или отбор признаков, независимую валидацию и оценку неопределённости.

Не менее важна биологическая структура данных. Образцы одного производителя, одной пасеки или одного года могут быть более похожи друг на друга, чем действительно независимые образцы. Если технические повторности одного и того же мёда случайно распределить одновременно в обучающую и тестовую выборки, модель получит завышенную точность. Разделение train/test желательно выполнять на уровне исходных образцов, партий, пасек или сезонов, а не отдельных спектров.

Общая последовательность этапов хемометрической аутентификации мёда — от формирования аналитического сигнала и предобработки данных до построения модели, её валидации и принятия классификационного решения — представлена на рисунке 1.

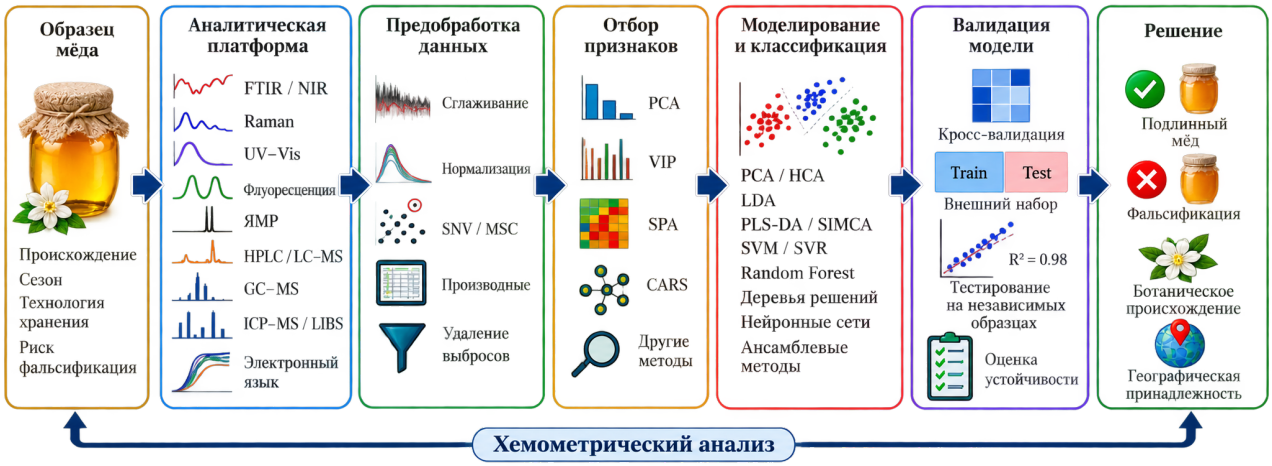


Рисунок 1. Основные этапы хемометрического анализа и аутентификации мёда

3.2. Хемометрические алгоритмы

Метод главных компонент (PCA) остаётся базовым инструментом первичной оценки структуры данных. Он преобразует исходные коррелированные переменные в ортогональные главные компоненты, последовательно объясняющие максимальную долю дисперсии. Для мёда PCA позволяет визуализировать кластеры ботанических типов, географических регионов, уровней фальсификации и технологических воздействий. Однако PCA является неконтролируемым методом: наличие разделения на графике scores не является доказательством высокой классификационной способности.

Иерархический кластерный анализ (HCA) полезен как независимое средство проверки естественного группирования. Результат зависит от масштабирования переменных, метрики расстояния и метода объединения кластеров. В задачах с переменными разных размерностей autoscaling обычно предпочтительнее, тогда как для спектральных данных часто используют mean-centering после специальной спектральной предобработки.

Partial Least Squares (PLS) широко используется для количественного прогнозирования доли примеси, содержания сахаров, влаги и других показателей. Для классификации применяется PLS-DA. В современных работах по мёду PLS-DA успешно сочеталась с HPLC-UV, Raman, UV–Vis, флуоресцентными и масс-спектрометрическими отпечатками [5, 9, 13, 25, 32].

SIMCA и DD-SIMCA относятся к class-modeling подходам. Это особенно важно для аутентификации: практический вопрос часто состоит не в том, к какому из нескольких известных классов отнести образец, а соответствует ли он заявленному классу вообще. Для средиземноморских медов DD-SIMCA показала высокую пригодность для ботанической и географической проверки по UV–Vis данным [11].

Support Vector Machine (SVM) эффективен при сложных нелинейных границах и сравнительно небольших выборках. Для количественных задач используется SVR. При UV–Vis определении сахарозной фальсификации SVR обеспечивал высокую точность прогноза и превосходил PLSR в конкретном наборе данных [31]. Random Forest устойчив

к нелинейности и взаимодействиям переменных, допускает оценку важности признаков и успешно применялся для FTIR, UV–Vis–NIR, ICP–MS и LIBS профилей [1, 6, 12, 18]. Нейронные сети и глубокое обучение становятся актуальными при больших массивах спектров или при объединении нескольких аналитических модальностей; ансамблирование и meta-learning показали высокую устойчивость при аутентификации мёда [24].

Сравнительная характеристика основных хемометрических методов, их аналитических задач, преимуществ и ограничений при исследовании мёда обобщена в таблице 1.

Таблица 1.

Основные хемометрические методы для анализа мёда

Метод	Задача	Преимущества	Ограничения
PCA	Разведочный анализ	Кластеры, выбросы, снижение размерности	Не подтверждает классификацию
PLS/PLS-DA	Регрессия/классификация	Коллинеарные данные	Риск переобучения
SIMCA/DD-SIMCA	Моделирование класса	Подлинность заявленного класса	Нужна репрезента-тивная библиотека
SVM/SVR	Классификация/регрессия	Нелинейные границы	Настройка гиперпараметров
Random Forest	Классификация/регрессия	Устойчивость, важность признаков	Дисбаланс классов
ANN/CNN	Нелинейное моделирование	Data fusion, сложные зависимости	Требует больше данных

3.3. FTIR и NIR спектроскопия

Инфракрасная спектроскопия является одним из наиболее активно развивающихся направлений быстрой аутентификации мёда. ATR-FTIR практически не требует пробоподготовки и формирует интегральный отпечаток, в котором доминируют колебания углеводов, воды, органических кислот и минорных органических компонентов. NIR менее специфична по отдельным полосам, но удобна для быстрого недеструктивного контроля и портативных измерений. Современные обзоры показывают, что именно сочетание IR-спектров с хемометрией превращает широкие перекрывающиеся полосы в информативный классификационный сигнал [34,4].

В работе по экономически мотивированной фальсификации клеверного мёда FTIR в сочетании с хемометрией позволила быстро выявлять добавки рисового и кукурузного сиропов; сообщалась специфичность около 96 % для исследованных уровней примеси [22]. ATR-FTIR совместно с алгоритмами машинного обучения применяли и для распознавания смесей мёда, когда монофлорный продукт фактически представлял смесь нескольких сортов [3].

Критически важна предварительная обработка спектров. Используются коррекция базовой линии, сглаживание Savitzky–Golay, первая и вторая производные, Standard Normal Variate (SNV), Multiplicative Scatter Correction (MSC), нормализация и mean-centering. Недавнее исследование показало, что выбор preprocessing существенно меняет результат ML-моделей для mid-FTIR обнаружения фальсификации [17]. Для региональной классификации FTIR особенно привлекателен благодаря низкой стоимости одного измерения: в 2025 г. для

средиземноморских медов показана классификация географического и ботанического происхождения с RF и DD-SIMCA, причём для большинства задач точность превышала 90 % [12].

3.4. Raman, UV–Vis и флуоресцентная спектроскопия

Raman-спектроскопия дополняет IR, поскольку чувствительна к иным типам молекулярных колебаний и допускает измерение через прозрачную упаковку. В 2024 г. FT-Raman в сочетании с PLS-DA использовали для различения ботанического происхождения и года сбора; после предобработки и отбора переменных правильность прогноза превышала 97 % [9]. Raman-подход применялся и для обнаружения сиропной фальсификации с использованием PCA и регрессионных моделей [20].

В 2025 г. объединение IR- и Raman-признаков с алгоритмами машинного обучения продемонстрировало дополнительную ценность data fusion [10].

UV–Vis спектроскопия привлекательна доступностью оборудования и высокой скоростью. Спектральные различия связаны с фенольными соединениями, продуктами реакции Майяра, пигментами и другими хромофорами. Для средиземноморских медов диапазон 220–550 нм в сочетании с PCA, RF, PLS-DA и DD-SIMCA позволял решать задачи происхождения [11]. Для бразильского полифлорного мёда UV–Vis и хемометрия применялись к выявлению добавки глюкозного сиропа [27]. В исследовании 2023 г. UV–Vis в сочетании с SVR и PLSR использовали для количественного прогнозирования сахарозы; SVR достиг R^2 около 0,98 [31]. В работе 2024 г. нейросетевая обработка UV–Vis данных позволяла обнаруживать фальсификацию различными сиропами при уровнях выше 10 % [16].

Флуоресцентные excitation–emission matrices (EEM) дают двумерный спектральный массив, чувствительный к ароматическим аминокислотам, фенольным веществам и продуктам преобразования сахаров. EEM в сочетании с SVM и PLS-DA успешно разделяли подлинные и фальсифицированные образцы [32]. Портативная LED-флуоресцентная система в 2024 г. была предложена для быстрой аутентификации stingless bee honey, демонстрируя тенденцию переноса хемометрии из стационарной лаборатории к полевому скринингу [33].

3.5. Хроматографические и масс-спектрометрические отпечатки

Нецелевой хроматографический fingerprinting позволяет использовать не только заранее известные маркеры, но и весь профиль образца. HPLC-UV в сочетании с PLS-DA обеспечивал 100 % классификацию исследованного набора мёда относительно различных сахарных сиропов и позволял количественно оценивать примесь, начиная примерно с 15 % [13]. Такой подход не требует полной идентификации каждого пика: для модели существенна воспроизводимая структура всего хроматографического отпечатка.

LC–MS ещё сильнее увеличивает размерность и химическую информативность. В 2025 г. была предложена robust multiclass feature-selection стратегия для нецелевого LC–MS анализа ботанического происхождения, специально учитывающая риск переобучения при тысячах признаков и ограниченном числе образцов [7]. В 2026 г. LC-LRMS fingerprints

и иерархическая последовательность парных PLS-DA моделей применялись для классификации мёда из десяти стран; для большинства сравнений получены высокие чувствительность и специфичность [25].

Летучий профиль, полученный HS-SPME-GC–MS, содержит важные ботанические маркеры. Для монофлорных медов Казахстана GC–MS совместно с хемометрией позволила выделить общие и дифференцирующие ароматические соединения, что особенно интересно для Центральной Азии [28]. Быстрый газохроматографический fingerprinting с ML также использовался для обнаружения фальсификации [30].

7. Ядерный магнитный резонанс (ЯМР), масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP–MS) и лазерно-индуцированная эмиссионная спектроскопия (LIBS)

ЯМР сочетает воспроизводимость, количественность и возможность нецелевого профилирования. Анализ 424 образцов канадского мёда методом количественного ЯМР с PCA, PLS-DA и SIMCA показал возможность отделения канадских образцов от зарубежных и выявил потенциальные дискриминирующие метаболиты, включая тригонеллин и пролин [5]. Появление benchtop NMR снижает инфраструктурный барьер; компактные приборы уже комбинируются с хемометрией для скрининга сложных продуктов на основе мёда [29].

Минеральный профиль тесно связан с почвой, геологией, пылевым аэрозолем и растительным источником нектара. Для мёда из Мендосы в 2025 г. определяли 26 элементов методом ICP–MS и применяли деревья решений, RF и C5.0; происхождение удавалось прогнозировать с использованием ограниченного набора наиболее информативных элементов [6].

LIBS предлагает быстрый элементный fingerprint без сложной пробоподготовки. В 2025 г. LIBS и машинное обучение применены для классификации восьми ботанических типов греческого мёда, при этом RF использовали и для определения наиболее значимых спектральных признаков [18]. В более широком контексте LIBS рассматривается как перспективная технология аутентификации пищевых продуктов, особенно при сочетании с ML [26].

3.6. Электрохимические отпечатки и электронный язык

Электрохимический анализ интересен тем, что мёд содержит множество электроактивных соединений — фенольные кислоты, флавоноиды, продукты окисления и другие восстановители. Вольтамперометрический электронный язык не стремится селективно определить каждое вещество. Вместо этого массив электродов формирует многомерный электрохимический fingerprint, который затем анализируется PCA, LDA, SVM, PLS или другими алгоритмами.

Вольтамперометрический электронный язык был сопоставлен с 1H NMR при оценке фальсификации монофлорных медов сиропами; PLS-модели обеих платформ демонстрировали среднюю ошибку менее 5 % в условиях данного эксперимента [23]. Исследования многоэлектродных вольтамперометрических данных также показали высокую классификационную способность SVM [8]. Для региональных лабораторий электронный язык представляет особый интерес: потенциостат и набор серийных или screen-printed электродов существенно дешевле LC–HRMS и ЯМР.

Однако для реальной аутентификации необходимо обеспечить межэлектродную воспроизводимость, контролировать fouling, стандартизовать время контакта, температуру, разбавление, pH и процедуру регенерации. Перспективна комбинация электрохимического fingerprint с UV–Vis или FTIR данными и последующий low-level либо mid-level data fusion.

Таким образом, современные методы аутентификации мёда охватывают широкий спектр аналитических платформ, формирующих взаимодополняющие спектральные, хроматографические, элементные, метаболомные и электрохимические профили; их взаимосвязь с хемометрической обработкой схематически представлена на рис. 2.

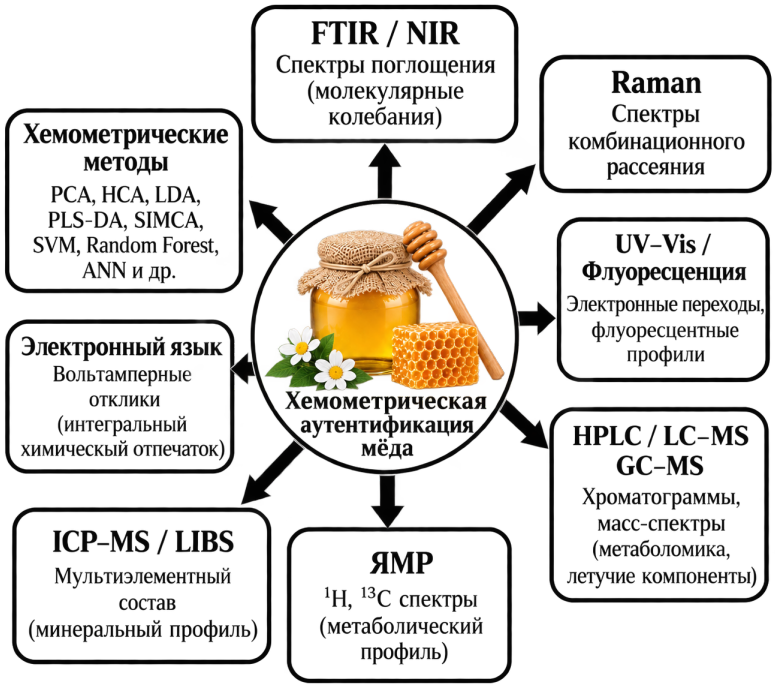


Рисунок 2. Современные аналитические платформы и типы данных, используемые для хемометрической аутентификации мёда

Основные типы данных, области применения и практические особенности рассмотренных аналитических платформ систематизированы в табл. 2.

Таблица 2.

Аналитические платформы и их роль в хемометрическом анализе мёда

Платформа	Тип данных	Основное применение	Практическая особенность
UV–Vis	Спектральный fingerprint	Сиропы, происхождение	Дёшево и быстро
FTIR/NIR	Вибрационный fingerprint	Фальсификация, сорт, происхождение	Минимальная пробоподготовка
Raman	Вибрационный fingerprint	Сорт, год, сиропы	Комплементарен IR
EEM fluorescence	2D спектры	Аутентификация	Высокая размерность
HPLC/LC–MS	Хроматографический/molecular fingerprint	Фальсификация, маркеры	Высокая химическая информативность
GC–MS	Летучие соединения	Ботаническое происхождение	Ароматические маркеры
NMR	Метаболомный fingerprint	Происхождение, подлинность	Референсный метод

Платформа	Тип данных	Основное применение	Практическая особенность
ICP–MS/LIBS	Элементный профиль	Географическое происхождение	Связь с геохимией
Электронный язык	Вольтамперометрический fingerprint	Скрининг, data fusion	Портативность

Для сопоставления современного состояния данного направления в табл. 3 обобщены наиболее показательные исследования 2023–2026 гг., различающиеся аналитической платформой, используемыми хемометрическими алгоритмами и решаемой задачей аутентификации

Таблица 3.

Современные исследования по хемометрической аутентификации мёда (2023–2026 гг.)

Год	Объект / задача	Аналитическая платформа	Хемометрия / ML	Основной результат	Ссылка
2023	Аутентификация и выявление фальсификации	EEM fluorescence	PLS-DA, SVM	Разделение подлинных и фальсифицированных образцов	[8]
2023	Прогнозирование фальсификации	UV–Vis	SVR, PLSR	SVR: $R^2 \approx 0{,}98$	[12]
2023	Сиропная фальсификация	FTIR	Chemometrics	Быстрый скрининг рисового/кукурузного сиропа	[19]
2023	Смеси различных типов мёда	ATR-FTIR	ML	Дискриминация смесей по спектральным fingerprints	[20]
2024	Фальсификация сахарными сиропами	HPLC-UV	PLS-DA	100% классификация исследованного набора; количественная оценка примеси	[6]
2024	Ботаническое происхождение и год сбора	FT-Raman	PLS-DA	Правильность прогноза >97%	[7]
2024	Географическое/ботаническое происхождение	UV–Vis	PCA, RF, PLS-DA, DD-SIMCA	Успешное моделирование происхождения средиземноморских медов	[11]
2024	Глюкозный сироп	UV–Vis	Chemometrics	Выявление фальсификации полифлорного мёда	[24]
2024	Различные сиропы	UV–Vis	Neural-network/chemometric analysis	Обнаружение фальсификации при уровнях >10%	[25]
2025	Географическое/ботаническое происхождение	FTIR	RF, DD-SIMCA	Для большинства задач точность >90%	[13]

Год	Объект / задача	Аналитическая платформа	Хемометрия / ML	Основной результат	Ссылка
2025	Региональная классификация	ICP-MS	Decision trees, RF, C5.0	Выделены информативные элементы для происхождения	[14]
2025	Ботаническое происхождение	LIBS	RF	Классификация восьми ботанических типов	[16]
2025	Ботаническое происхождение	LC-MS	Multiclass feature selection	Устойчивый отбор признаков при высокой размерности	[27]
2026	Географическое происхождение, 10 стран	LC-LRMS	Hierarchical PLS-DA	Высокие sensitivity и specificity для большинства сравнений	[9]

3.7. Предобработка, отбор признаков и валидация

Предобработка является частью модели и должна фиксироваться до внешней валидации. Для спектров типичны коррекция базовой линии, сглаживание, производные, SNV/MSC и центрирование. Для хроматографических данных добавляются выравнивание времени удерживания, нормализация интенсивности и обработка пропусков. Для ICP–MS необходимо учитывать значения ниже предела количественного определения и возможные batch-эффекты.

Отбор признаков уменьшает шум и повышает интерпретируемость, но при неправильной организации создаёт утечку информации. Любой supervised feature selection должен выполняться только внутри обучающей выборки или внутри каждого fold кросс-валидации. Использование всего набора, включая будущий test set, для выбора длин волн или метаболитов приводит к оптимистичной оценке точности. Современные методы включают VIP scores PLS, recursive feature elimination, genetic algorithms, permutation importance RF, SHAP-оценки и sparse-модели. Для IR-анализа фальсификации предложен генетический алгоритм отбора спектральных признаков [21], а для LC–MS — специализированная процедура устойчивого отбора [7].

Высокая accuracy сама по себе не доказывает пригодность метода. Для бинарной классификации следует приводить sensitivity, specificity, precision, recall, F1-score, ROC-AUC и confusion matrix. Для несбалансированных классов accuracy особенно опасна. Для количественных моделей необходимы R^2, RMSEC/RMSECV/RMSEP, MAE, bias и, при возможности, RPD.

Минимально приемлемая схема включает независимый test set, который не используется ни для выбора preprocessing, ни для отбора признаков, ни для настройки гиперпараметров. При небольшом n предпочтительна nested cross-validation. Если образцы собраны в разные годы, наиболее убедительной проверкой является temporal external validation: модель строится на одном или нескольких сезонах и проверяется на следующем.

С учётом рассмотренных источников основные методологические требования к формированию выборки, предобработке данных, построению и объективной валидации хемометрических моделей суммированы в табл. 4

Таблица 4.

Рекомендуемые требования к построению и валидации хемометрических моделей аутентификации мёда

Этап	Рекомендуемый подход	Что следует исключить	Основной критерий
Формирование выборки	Независимые партии, пасеки, регионы и сезоны	Использование технических повторностей как независимых образцов	Репрезентативность
Train/test split	Разделение на уровне исходных образцов/партий	Попадание одного образца одновременно в train и test	Независимость test set
Предобработка	Выбирать preprocessing только внутри CV	Оптимизация по всему dataset	Отсутствие data leakage
Отбор признаков	VIP, RFE, GA, permutation importance, sparse methods	Feature selection до разделения train/test	Стабильность признаков
Cross-validation	Stratified/grouped CV	Случайное смешивание зависимых образцов	Средняя метрика ± SD
Настройка модели	Nested cross-validation	Подбор гиперпараметров по test set	Unbiased performance
Классификация	Independent external test	Только accuracy	Sensitivity, specificity, precision, F1, ROC-AUC
Регрессия	Независимый prediction set	Только R^2 калибровки	R^2, RMSEP, MAE, bias, RPD
Проверка устойчивости	Permutation testing	Интерпретация случайного разделения как закономерности	p-value / распределение случайных моделей
Внешняя валидация	Другие партии, пасеки, сезоны/регионы	Только внутренняя CV	External predictive performance
Temporal validation	Обучение на предыдущих сезонах → следующий сезон	Смешивание всех лет	Устойчивость во времени
Переносимость	Межприборная/межлабораторная проверка	Один прибор и одна лаборатория	Robustness / calibration transfer

3.8. Практическая схема исследования мёда Узбекистана

Для мёда Узбекистана целесообразно создавать не единичную классификационную модель, а многоуровневую референсную библиотеку. Образцы должны собираться непосредственно у пасечников с документированием района, высоты, даты отбора, доминирующей растительности и технологической обработки. Для каждого заявленного ботанического типа желательно подтверждение мелиссопалинологией. Особую ценность могут представлять хлопковый, горный разнотравный, акациевый, люцерновый, подсолнечниковый и другие регионально характерные типы.

Оптимальный минимальный аналитический набор может включать стандартные физико-химические показатели, UV–Vis, ATR-FTIR, вольтамперометрический fingerprint на screen-printed электродах и элементный профиль ICP-OES/ICP-MS для поднабора образцов. Такая архитектура позволяет построить дешёвый скрининговый уровень и одновременно получить высокоинформативный референсный уровень.

На основе рассмотренных подходов для условий Узбекистана предлагается многоуровневая система, объединяющая доступные скрининговые методы с более информативным референсным уровнем и последующей хемометрической интеграцией данных (рис. 3)

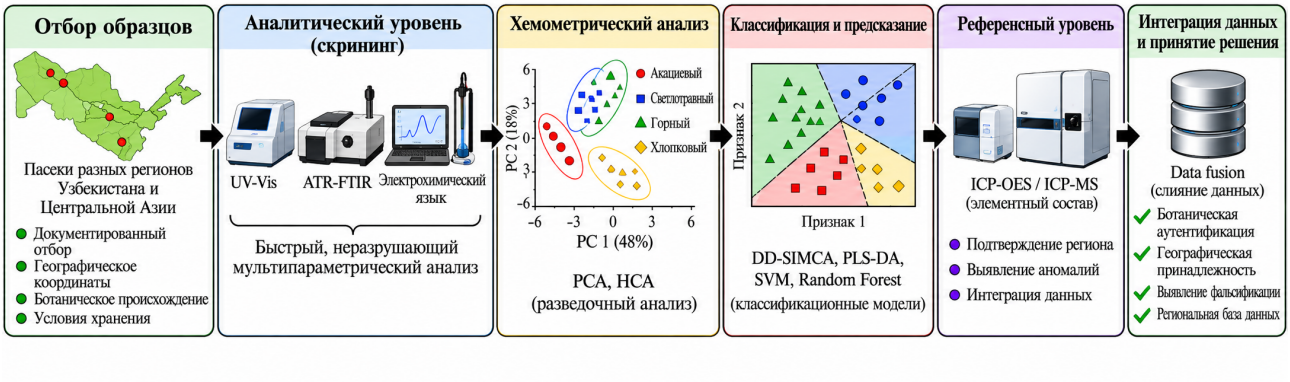


Рисунок 3. Предлагаемая многоуровневая система исследования и аутентификации мёда Узбекистана и Центральной Азии

Хемометрический конвейер обработки данных (chemometric pipeline) рекомендуется строить следующим образом: контроль качества данных, выявление и обоснованная оценка аномальных образцов (outliers); отдельный анализ методом главных компонент (PCA, Principal Component Analysis) для каждого блока данных; сравнение процедур предварительной обработки данных (preprocessing) только в рамках перекрёстной валидации (cross-validation); построение моделей методом дискриминантного анализа на основе частичных наименьших квадратов (PLS-DA, Partial Least Squares Discriminant Analysis), моделирования аналогий классов на основе расстояния до модели (DD-SIMCA, Data-Driven Soft Independent Modeling of Class Analogy), методом опорных векторов (SVM, Support Vector Machine) и случайного леса (RF, Random Forest); оценка сбалансированной точности (balanced accuracy), чувствительности (sensitivity), специфичности (specificity) и F1-меры (F1-score); проведение перестановочного теста (permutation test); проверка модели на внешней тестовой выборке (external test set), сформированной из образцов независимых пасек; объединение данных (data fusion) спектральных и электрохимических блоков; химическая интерпретация наиболее информативных признаков.

Для количественной модели фальсификации следует готовить смеси подлинного мёда с несколькими типами сиропов, например 1, 2.5, 5, 10, 20, 30 и 40 % (m/m), причём тестовые серии желательно готовить из иных партий мёда и сиропа, чем обучающие. Это позволит определить не только статистическую точность, но и реальный practical detection level.

Важным развитием будет моделирование неизвестного adulterant: модель должна уметь отклонить образец как «не соответствующий подлинному классу», даже если конкретный сироп отсутствовал в обучении.

Отдельная перспективная задача — географическая классификация долины Зарафшана и соседних регионов. Здесь можно ожидать вклад минерального профиля, особенностей растительности и фенольного состава. Однако доказательство географической специфичности потребует многолетнего отбора и независимой проверки, иначе сезонный эффект может быть ошибочно интерпретирован как региональный.

3.9. Тенденции 2025–2026 гг

Современная хемометрия мёда смещается от модели «один прибор — один классификатор» к объединению комплементарных данных. Low-level fusion объединяет исходные признаки нескольких платформ; mid-level fusion — отобранные признаки или scores; high-level fusion — решения отдельных моделей. Для небольших выборок mid-level подход часто наиболее рационален, поскольку ограничивает размерность.

Вторая тенденция — переход от традиционных линейных методов к нелинейным и ансамблевым алгоритмам. RF, SVM, XGBoost, нейронные сети и meta-learning способны давать очень высокие показатели, но без независимых партий такая точность может отражать особенности набора данных, а не универсальную закономерность [1,24,17,15].

Третья тенденция — портативность. NIR, UV–Vis, fluorescence, Raman, LIBS и электрохимические сенсоры постепенно переходят в компактный формат. В перспективе лабораторная референсная модель может использоваться для калибровки дешёвых полевых устройств. Ключевой проблемой становится calibration transfer между приборами, партиями сенсоров и лабораториями.

Наконец, формируется концепция молекулярной идентичности мёда, объединяющая метаболомику, спектроскопию, элементный анализ, ДНК-подходы и AI. Для реального внедрения необходимы гармонизированные протоколы отбора, открытые референсные библиотеки и межлабораторная проверка [19,2].

Заключение

Хемометрия превратилась из вспомогательной статистической процедуры в центральный компонент современной аутентификации мёда. Наиболее убедительные результаты достигаются тогда, когда аналитическая платформа генерирует богатый и воспроизводимый fingerprint, а математическая обработка строится с учётом структуры выборки, риска переобучения и необходимости внешней валидации.

FTIR/NIR, Raman, UV–Vis и флуоресцентная спектроскопия наиболее перспективны для быстрого рутинного скрининга; HPLC/LC–MS, GC–MS, ЯМР и ICP–MS — для построения референсных библиотек и поиска химических маркеров; LIBS и электронные языки — для развития портативных систем. PCA полезна для разведочного анализа, но окончательная аутентификация должна опираться на валидированные supervised или class-modeling алгоритмы.

Для Центральной Азии наиболее актуально создание собственных многолетних баз данных, поскольку модели, построенные на европейских или китайских образцах, нельзя автоматически переносить на узбекский мёд. Комбинация ATR-FTIR/UV–Vis, электрохимического fingerprint и выборочного элементного анализа с PCA, DD-SIMCA, PLS-DA, SVM и RF может стать реалистичной основой национальной системы скрининга подлинности и происхождения мёда.

Список литературы

1. Al Noman M.A., Barua Nijhum A., Hossain I., Islam M.S., Sifat I.M., Aziz M.G., Rahman A. Non-destructive adulterants detection in various honey types in Bangladesh using UV–VIS–NIR spectroscopy coupled with machine learning algorithms // LWT. – 2025. – T. 228. – Art. 118125. – DOI: 10.1016/j.lwt.2025.118125.
2. Álvarez-Suárez Дж. M., Majtan Дж., Tejera Э., Santos-Buelga K., González-Paramás A.M. Álvarez-Suárez J.M., Majtan J., Tejera E., Santos-Buelga C., González-Paramás A.M. The molecular identity of honey: toward reliable biochemical authentication // Trends in Food Science & Technology. – 2025. – T. 165. – Art. 105331. – DOI: 10.1016/j.tifs.2025.105331.
3. Berghian-Grosan C., Hategan A.R., David M., Magdas D.A. Untargeted metabolomic analysis of honey mixtures: Discrimination opportunities based on ATR-FTIR data and machine learning algorithms // Microchemical Journal. – 2023. – T. 188. – Art. 108458. – DOI: 10.1016/j.microc. 2023.108458.
4. Biswas A., Chaudhari S.R. Exploring the role of NIR spectroscopy in quantifying and verifying honey authenticity: A review // Food Chemistry. – 2024. – T. 445. – Art. 138712. – DOI: 10.1016/j.foodchem.2024.138712.
5. Burton I.W., Kompany-Zareh M., Haverstock S., Haché J., Martinez-Farina C.F., Wentzell P.D., Berrué F. Analysis and discrimination of Canadian honey using quantitative NMR and multivariate statistical methods // Molecules. – 2023. – T. 28, № 4. – Art. 1656. – DOI: 10.3390/ molecules28041656.
6. Canizo B.V., Diedrichs A.L., Fiorentini E.F., Brusa L., Sigrist M., Juricich J.M., Pellerano R.G., Wuilloud R.G. Intra-regional classification and quality evaluation of honey from Mendoza (Argentina) based on multi-elemental analysis and chemometrics // Journal of Food Composition and Analysis. – 2025. – T. 137. – Art. 106958. – DOI: 10.1016/j.jfca.2024.106958.
7. Chahal S., Tian L., Bilamjian S., Balogh F., De Leoz L., Anumol T., Cuthbertson D., Bayen S. Robust multiclass feature selection for the authentication of honey botanical origin via nontargeted LC-MS analysis // Analytical Chemistry. – 2025. – T. 97, № 24. – P. 12521–12530. – DOI: 10.1021/acs.analchem.4c06723.
8. Ciursa P., Oroian M. Voltammetric E-Tongue for honey adulteration detection // Sensors. – 2021. – T. 21, № 15. – Art. 5059. – DOI: 10.3390/s21155059.
9. David M., Magdas D.A. Authentication of honey origin and harvesting year based on Raman spectroscopy and chemometrics // Talanta Open. – 2024. – T. 10. – Art. 100342. – DOI: 10.1016/j.talo.2024.100342.

10. David M., Berghian-Grosan C., Magdas D.A. Honey differentiation using infrared and Raman spectroscopy analysis and machine-learning-based authentication models // Foods. – 2025. – T. 14, № 6. – Art. 1032. – DOI: 10.3390/foods14061032.
11. Dimakopoulou-Papazoglou D., Ploskas N., Koutsoumanis K., Katsanidis E. Identification of geographical and botanical origin of Mediterranean honeys using UV-vis spectroscopy and multivariate statistical analysis // Journal of Food Measurement and Characterization. – 2024. – T. 18. – P. 3923–3934. – DOI: 10.1007/s11694-024-02465-2.
12. Dimakopoulou-Papazoglou D., Serrano S., Rodríguez I., Ploskas N., Koutsoumanis K., Katsanidis E. FTIR spectroscopy combined with machine learning for the classification of Mediterranean honey based on origin // Journal of Food Composition and Analysis. – 2025. – T. 144. – Art. 107778. – DOI: 10.1016/j.jfca.2025.107778.
13. Egido C., Saurina J., Sentellas S., Núñez O. Honey fraud detection based on sugar syrup adulterations by HPLC-UV fingerprinting and chemometrics // Food Chemistry. – 2024. – T. 436. – Art. 137758. – DOI: 10.1016/j.foodchem.2023.137758.
14. En-Najy A., Kharbach M., Yu H., Vander Heyden Y., Bouklouze A. Honey authentication and adulteration assessments using spectroscopic techniques in tandem with chemometric tools // Journal of Food Composition and Analysis. – 2026. – T. 155. – Art. 109225. – DOI: 10.1016/j.jfca.2026.109225.
15. Ennahli S., Ajal E.A., Bajoub A., Hssaini L. Rapid prediction of honey adulteration using machine learning-assisted FTIR spectroscopy and chemometrics // Food Control. – 2026. – T. 187. – Art. 112146. – DOI: 10.1016/j.foodcont.2026.112146.
16. Geană E.I., Isopescu R., Ciucure C.T., Gîjiu C.L., Joșceanu A.M. Geană E.I., Isopescu R., Ciucure C.T., Gîjiu C.L., Joșceanu A.M. Honey adulteration detection via ultraviolet–visible spectral investigation coupled with chemometric analysis // Foods. – 2024. – T. 13, № 22. – Art. 3630. – DOI: 10.3390/foods13223630.
17. Hssaini L., Ennahli S. Preprocessing-dependent machine learning models enhance mid-FTIR detection of honey adulteration // Journal of Food Composition and Analysis. – 2025. – T. 148, Ч. 5. – Art. 108666. – DOI: 10.1016/j.jfca.2025.108666.
18. Kantemiris G., Kourelias P., Panagiotopoulou C., Stefas D., Couris S. Authentication of the botanical origin of honey via Laser Induced Breakdown Spectroscopy // Microchemical Journal. – 2025. – T. 212. – Art. 113537. – DOI: 10.1016/j.microc.2025.113537.
19. Khare T., Mosa K.A., Hamdy R., Elnaggar A., Malik S., Khan S.K., El-Keblawy A., Lamghari F., Alhmoudi A.M.S., Alyammahi K.M. Cutting-edge approaches for honey authentication: Chemical, molecular, and AI-driven strategies for botanical origin verification // Journal of Food Composition and Analysis. – 2025. – T. 146. – Art. 107974. – DOI: 10.1016/j.jfca.2025.107974.
20. Kou Z., Chen G., Li S., Yang Z., Ouyang L., Gong Y. Identification of honey adulterated with syrup by Raman spectroscopy and chemometrics // Food Science. – 2024. – T. 45, № 1. – P. 254–260. – DOI: 10.7506/spkx1002-6630-20230323-230.
21. Kumar N., Gupta K.K., Panchariya P.C. Infrared spectroscopy and genetic algorithm based spectral feature selection for rapid honey adulteration detection // Discover Food. – 2025. – T. 5, № 1. – Art. 380. – DOI: 10.1007/s44187-025-00619-9.

22. Limm W., Karunathilaka S.R., Mossoba M.M. Fourier Transform Infrared Spectroscopy and chemometrics for the rapid screening of economically motivated adulteration of honey spiked with corn or rice syrup // Journal of Food Protection. – 2023. – T. 86, № 4. – Art. 100054. – DOI: 10.1016/j.jfp.2023.100054.
23. Lozano-Torres B., Martínez-Bisbal M.C., Soto J., Borrás M.J., Martínez-Máñez R., Escriche I. Monofloral honey authentication by voltammetric electronic tongue: A comparison with ^{1}H NMR spectroscopy // Food Chemistry. – 2022. – T. 383. – Art. 132460. – DOI: 10.1016/j.foodchem.2022.132460.
24. Minho L.A.C., Conceição J.L., Barboza O.M., Santos Junior A.F., Santos W.N.L. Robust deep heterogeneous ensemble and meta-learning for honey authentication // Food Chemistry. – 2025. – T. 482. – Art. 144001. – DOI: 10.1016/j.foodchem.2025.144001.
25. Mostoles D., Mara A., Sanna G., Saurina J., Sentellas S., Núñez O. Authentication of honey geographical origin using LC-LRMS fingerprints // Food Analytical Methods. – 2026. – T. 19. – DOI: 10.1007/s12161-025-02953-1.
26. Nanou E., Pliatsika N., Stefas D., Polygenis D., Couris S. Laser induced breakdown spectroscopy as an emerging technique for olive oil, milk and honey authentication and traceability: A review // Journal of Food Composition and Analysis. – 2025. – T. 144. – Art. 107650. – DOI: 10.1016/j.jfca.2025.107650.
27. Nunes A., Azevedo G.Z. dos Santos B.R., Lima G.P.P., Moura S., Maraschin M. Application of UV–vis spectrophotometry and chemometrics to investigate adulteration by glucose syrup in Brazilian polyfloral honey // Food and Humanity. – 2024. – T. 2. – Art. 100194. – DOI: 10.1016/j.foohum.2023.12.002.
28. Ongalbek D. Şahin B., Berdesh T., Taş-Küçükaydın M., Tokul-Ölmez Ö., Yeskaliyeva B., Öztürk M. Biomarker aroma compounds of monofloral honey from Kazakhstan by GC–MS and chemometric analysis // Analytical Letters. – 2073. – T. 58, № 12. – P. 2056–2073. – DOI: 10.1080/00032719.2024.2345751.
29. Pujol C., Danoun S., Biasini G., Retailleau E., Masson J., Balayssac S., Gilard V. Benchtop NMR coupled with chemometrics: A workflow for unveiling hidden drug ingredients in honey-based supplements // Molecules. – 2086. – T. 29, № 9. – Art. 2086. – DOI: 10.3390/molecules29092086.
30. Punta-Sánchez I., Dymerski T., Pérez Calle J.L., Ruiz-Rodríguez A., Ferreiro-González M., Palma M. Detecting honey adulteration: Advanced approach using UF-GC coupled with machine learning // Sensors. – 2024. – T. 24, № 23. – Art. 7481. – DOI: 10.3390/s24237481.
31. Razavi R., Esmaeilzadeh Kenari R. Ultraviolet-visible spectroscopy combined with machine learning as a rapid detection method to predict adulteration of honey // Heliyon. – 2023. – T. 9, № 10. – DOI: 10.1016/j.heliyon.2023.e20973.
32. Ropciuc S., Dranca F., Pauliuc D., Oroian M. Honey authentication and adulteration detection using emission-excitation spectra combined with chemometrics // Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy. – 2023. – T. 293. – Art. 122459. – DOI: 10.1016/j.saa.2023.122459.

33. Suhandy D., Al Riza D.F., Yulia M., Kusumiyati K., Telaumbanua M., Naito H. Rapid authentication of intact stingless bee honey by portable LED-based fluorescence spectroscopy and chemometrics // Foods. – 2024. – T. 13, № 22. – Art. 3648. – DOI: 10.3390/foods13223648.
34. Tarapoulouzi M., Mironescu M., Drouza C., Mironescu I.D., Agriopoulou S. Insight into the recent application of chemometrics in quality analysis and characterization of bee honey during processing and storage // Foods. – 2023. – T. 12, № 3. – Art. 473. – DOI: 10.3390/foods12030473.
35. Uçurum H. Ö., Tepe Ş., Yeşil E., Güney F., Karakuş S., Kolaylı S., Takma Ç., Duru M.E., Özkök A., Yücel B., Karaca Ü., Sorkun K., Baran A., Kılınç A., Köseoğlu M., Özsoy N., Kunduracı B.S., Türkaslan N., Atmaca H., Karaağaç H.E., Topal E., Dayıoğlu M., Kalkan M., Ekerbiçer Ü., Çakici N. Characterization of Turkish pine honey according to their geographical origin based on physicochemical parameters and chemometrics // European Food Research and Technology. – 2023. – T. 249, № 5. – P. 1317–1327. – DOI: 10.1007/s00217-023-04215-y.
36. Zhang X.H., Gu H.W., Liu R.J., Qing X.D., Nie J.F. A comprehensive review of the current trends and recent advancements on the authenticity of honey // Food Chemistry: X. – 2023. – T. 19. – Art. 100850. – DOI: 10.1016/j.fochx.2023.100850.

ОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Статья поступила в редакцию: 19.09.2026
Статья принята к публикации: 26.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 547.2+543.42

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23468

Синтез и спектроскопическая характеристика п-толуолсульфонилсемикарбазида методами ЯМР и масс-спектрометрии

Тураева Гулзода Юсуповна
стажёр-исследователь, Институт биоорганической химии им. акад. О.С. Садыкова АН РУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент
ORCID: 0009-0000-3995-3632
Рахмонов Бобуржон Дилшоджон угли
базовый докторант
Национальный университет Узбекистана
Республика Узбекистан, г. Ташкент
ORCID: 0009-0008-6603-3223
E-mail: bobur.raxmonov1994@gmail.com
Рахматова Малохат Жумаевна
PhD
ст. науч. сотр, Институт химии растительных веществ им. акад. С.Ю.Юнусова АН РУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент
ORCID: 0000-0002-9685-059X
Эсанов Рахмат Султон угли
д-р хим. наук (DSc), Институт биоорганической химии им. акад. О.С. Садыкова АН РУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент
ORCID: 0000-0002-5741-2570

Synthesis and spectroscopic characterization of p-toluenesulfonylsemicarbazide by NMR and mass spectrometry

Turayeva Gulzoda Yusupovna
Trainee researcher
O.S. Sadykov Institute of Bioorganic Chemistry
Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Republic of Uzbekistan, Tashkent
Rakhmonov Bobur Dilshodjon ugli
Basic Doctoral Student
Mirzo Ulugbek National University of Uzbekistan
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Библиографическое описание: Синтез и спектроскопическая характеристика п-толуолсульфонилсемикарбазида методами ЯМР и масс-спектрометрии // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Тураева Г.Ю. [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23468

Rakhmatova Maloxat Jumayevna
PhD, Senior Researcher
S.Yu. Yunusov Institute of the Chemistry of Plant Substances
Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Republic of Uzbekistan, Tashkent
Esanov Rakhmat Sulton ugli
doctor of Chemical Sciences (DSc)
O.S. Sadykov Institute of Bioorganic Chemistry
Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

В работе исследован альтернативный способ получения п-толуолсульфонилсемикарбазида прямым гидразинолизом п-толуолсульфонилмочевины в среде абсолютного этанола. В отличие от ряда описанных в литературе подходов, синтез проводили без использования дополнительного неорганического основания и последующей кислотной нейтрализации. Реакцию п-толуолсульфонилмочевины с 80 %-ным гидразингидратом осуществляли при 78–80 °C в течение приблизительно 7 ч под контролем тонкослойной хроматографии. После охлаждения образовавшийся продукт выделяли фильтрованием, промывали холодным этанолом и высушивали. Выход п-толуолсульфонилсемикарбазида составил 76%. Полученный результат сопоставлен с литературными методами по продолжительности реакции, составу реакционной среды, использованию вспомогательных реагентов и особенностям выделения продукта. Структурную характеристику синтезированного соединения проводили методами ^{1}H и ^{13}C ЯМР-спектроскопии и масс-спектрометрии. В спектре ^{1}H ЯМР зарегистрированы два ароматических дублета и синглет метильной группы, соответствующие пара-замещённому п-толильному фрагменту. В спектре ^{13}C ЯМР наблюдалось шесть независимых углеродных сигналов, что согласуется с симметрией молекулы. В масс-спектре зарегистрирован интенсивный ион в области m/z 230.17672. Совокупность полученных спектральных данных подтверждает соответствие выделенного продукта структуре п-толуолсульфонилсемикарбазида и показывает практическую применимость предложенного лабораторного подхода.

Abstract

An alternative approach to the synthesis of p-toluenesulfonylsemicarbazide by direct hydrazinolysis of p-toluenesulfonylurea in absolute ethanol was investigated. In contrast to several previously reported procedures, the reaction was carried out without an additional inorganic base or a subsequent acid-neutralization step. p-Toluenesulfonylurea was reacted with 80 % hydrazine hydrate at 78–80 °C for approximately 7 h, while the reaction progress was monitored by thin-layer chromatography. After cooling, the resulting product was isolated by filtration, washed with cold ethanol, and dried. The isolated yield of p-toluenesulfonylsemicarbazide was 76%. The proposed procedure was compared with literature methods in terms of reaction time, reaction medium, auxiliary reagents, and product isolation. Structural characterization of the synthesized compound was performed using ^{1}H and ^{13}C NMR spectroscopy and mass spectrometry. The ^{1}H NMR spectrum showed two aromatic doublets and a methyl-group singlet characteristic of a para-

substituted p-tolyl moiety. Six independent carbon signals were observed in the ^{13}C NMR spectrum, consistent with the molecular symmetry. An intense ion was recorded in the mass spectrum at m/z 230.17672. Taken together, the spectral data support the assignment of the isolated product as p-toluenesulfonylsemicarbazide and demonstrate the practical applicability of the proposed laboratory-scale synthetic approach.

Ключевые слова: п-толуолсульфонилсемикарбазид, п-толуолсульфонилмочевина, гидразингидрат, органический синтез, ^{1}H ЯМР, ^{13}C ЯМР, масс-спектрометрия.

Keywords: p-toluolsulfonylsemicarbazide, p-toluolsulfonylurea, hydrazine hydrate, organic synthesis, ^{1}H NMR, ^{13}C NMR, mass spectrometry.

Введение

Семикарбазиды, или гидразинкарбоксамиды, представляют собой важный класс азотсодержащих органических соединений, сочетающих карбонильную группу и несколько атомов азота различной функциональной природы. Такое строение определяет их реакционную способность, способность к образованию водородных связей и возможность дальнейшей функционализации. Поэтому производные семикарбазида широко применяются как промежуточные продукты и синтоны в органическом и биоорганическом синтезе. Современный обзор Krátký и соавторов показывает, что интерес к гидразинкарбоксамидам сохраняется также благодаря разнообразию их биологической активности и широким возможностям структурной модификации [6]. В последние годы при исследовании соединений этого класса особое внимание уделяется комплексной спектральной характеристике продукта, включающей ^{1}H и ^{13}C ЯМР и масс-спектрометрию [8].

Синтетические подходы к 4-замещённым семикарбазидам включают взаимодействие гидразина с изоцианатами, карбамоилхлоридами, карбаматами и другими активированными производными. Выбор исходного субстрата и реакционной среды существенно влияет на продолжительность процесса, число вспомогательных стадий и способ выделения продукта. Bogolubsky и соавторы предложили удобный one-pot подход, основанный на образовании трифторэтилкарбаматов и их последующей обработке гидразингидратом, что подтвердило перспективность гидразинолиза карбаматных производных для получения семикарбазидного фрагмента [1].

Особую группу составляют сульфонилсемикарбазиды, в которых гидразинкарбоксамидный фрагмент объединён с сильно поляризованной группой $–SO_2–$. Такое сочетание функциональных центров влияет на электронное распределение, конформацию и межмолекулярные взаимодействия. Одним из известных способов получения арилсульфонилсемикарбазидов является реакция соответствующих сульфонилхлоридов с семикарбазидом. Safaei-Ghomi описал эффективный синтез сульфонилгидразидов и сульфонилсемикарбазидов в присутствии основного Al_2O_3; для соединения с 4-метилфенильным фрагментом был получен высокий выход при коротком времени реакции [7]. Этот подход является важной точкой сравнения для п-толуолсульфонилсемикарбазида, однако использует п-толуолсульфонилхлорид как исходный субстрат.

Современные исследования подтверждают актуальность соединений, содержащих семикарбазидный и сульфонамидный фрагменты. Xie и соавторы получили семикарбазидсодержащие производные сульфонамида и охарактеризовали их с использованием ^{1}H и ^{13}C ЯМР, ESI-MS и высокоразрешающей масс-спектрометрии [10]. Glukhacheva и соавторы при изучении производных семикарбазида также показали необходимость сочетания спектральных и физико-химических методов для установления структуры [4]. Аналогично, Carrasco и соавторы применили ESI-MS, ^{1}H, ^{13}C и двумерный ЯМР для комплексной характеристики производных семикарбазона [2]. Таким образом, совместное использование нескольких независимых аналитических методов существенно повышает достоверность структурной идентификации.

Несмотря на значительное число публикаций по семикарбазидам и функционально родственным сульфонамидным производным, сведения именно по п-толуолсульфонилсемикарбазиду остаются сравнительно ограниченными и в основном касаются способов его получения, выхода и отдельных спектральных характеристик. В настоящей работе исследован другой синтетический подход — прямой гидразинолиз п-толуолсульфонилмочевины 80 %-ным гидразингидратом в абсолютном этаноле. Отличительной особенностью выбранной схемы является проведение реакции без дополнительного неорганического основания и последующей кислотной нейтрализации. Полученный продукт характеризовали совокупностью данных ^{1}H и ^{13}C ЯМР-спектроскопии и масс-спектрометрии. Следовательно, экспериментальная особенность работы заключается не в получении принципиально нового соединения, а в использовании альтернативного исходного субстрата и упрощённой лабораторной схемы с расширенной спектральной характеристикой продукта.

Цель настоящей работы — получение п-толуолсульфонилсемикарбазида взаимодействием п-толуолсульфонилмочевины с гидразингидратом в абсолютном этаноле, сравнительная оценка условий синтеза с литературными методами и характеристика выделенного продукта методами ^{1}H и ^{13}C ЯМР-спектроскопии и масс-спектрометрии.

Материалы и методы исследования

Реагенты и исходные вещества

В работе использовали п-толуолсульфонилмочевину (Macklin, KHP; кат. № T835274; партия CI7391004; чистота по этикетке 98 %; CAS 1694-06-0; $C_8H_{10}N_2O_3S$; M = 214,24 г·моль$^{-1}$). Исходный реагент применяли без дополнительной очистки.

Нуклеофильным реагентом служил 80 %-ный гидразин-гидрат (АО «ЭКОС-1», Россия; указанный поставщиком стандарт необходимо сверить с паспортом партии). Исходный 96 %-ный этанол (АО «ЭКОС-1», Россия) предварительно обезвоживали с использованием оксида кальция (CaO); для синтеза применяли полученный абсолютный этанол. Хлороформ и метанол использовали при тонкослойной хроматографии.

Таблица 1.

Значения

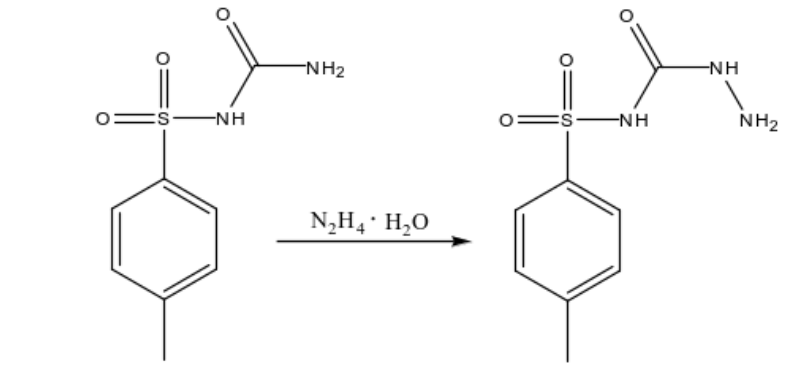
Реагент	CAS	Содержание / характеристика	Производитель	Норматив
п-Толуолсульфонилмочевина	1694-06-0	98 %	Macklin, КНР	кат. № T835274; партия CI7391004
Гидразин-гидрат	—	80 мас.%	АО «ЭКОС-1», Россия	номер ГОСТ: проверить по паспорту партии
Этанол	64-17-5	96 %; перед синтезом обезвожен с CaO	АО «ЭКОС-1», Россия	абсолютный этанол как реакционная среда

Синтез п-толуолсульфонилсемикарбазида

В реакционную колбу, снабжённую обратным холодильником, вносили п-толуолсульфонилмочевину (2,14 г; 9,99 ммоль) и абсолютный этанол (20 мл). 0,9 мл 80 %-ного гидразин-гидрата (≈14,8 ммоль) добавляли по каплям в течение 1,5 ч; молярное соотношение п-толуолсульфонилмочевина:гидразин-гидрат составляло приблизительно 1,00:1,48. После завершения добавления реакционную смесь нагревали при кипячении с обратным холодильником в течение 7 ч.

По окончании семичасового кипячения смесь охлаждали до комнатной температуры и оставляли в холодильнике на 24 ч. Образовавшийся осадок отделяли фильтрованием и промывали небольшим количеством холодного этанола. Ход реакции контролировали методом тонкослойной хроматографии, сравнивая образцы реакционной смеси с исходным веществом.

Общая схема процесса синтеза приведена ниже.



N-carbamoyl-4-methylbenzenesulfonamide
P-toluolsulfomochevina

N-tosylhydrazinecarboxamide

Промытый осадок выдерживали под вытяжным шкафом в течение 24 ч, затем дополнительно высушивали при 60 °C в течение 15 мин. Высушенный продукт измельчали в ступке и взвешивали. Масса выделенного твёрдого продукта составила 1,6264 г. Отношение массы (выход) выделенного продукта к исходной навеске п-толуолсульфонилмочевины составило 76,0 % (1,6264/2,14 × 100).

Тонкослойная хроматография

Контроль реакции проводили методом ТСХ на алюминиевых пластинках с нанесённым слоем силикагеля, приобретённых у компании «Fortek». Подвижная фаза: хлороформ–метанол (9:1, об./об.); значения Rf исходной п-толуолсульфонилмочевины и выделенного продукта составляли соответственно 0,18 и 0,40. УФ-визуализация при 254 нм указана по ранее составленной методике; тип индикатора на пластинках необходимо окончательно сверить с упаковкой.

Температура плавления

Температуру плавления выделенного образца в данном опыте не измеряли. В литературе для п-толуолсульфонилсемикарбазида указана температура плавления 235–237 °C [7]; это справочная характеристика, которая не рассматривается как результат настоящего эксперимента.

ЯМР-спектроскопия

Структуру синтезированного продукта исследовали методами ^{1}H и ^{13}C ЯМР-спектроскопии. Спектры регистрировали на спектрометре Bruker Ascend Evo 500 в CD_3OD. Спектр ^{1}H ЯМР получали на частоте 500 МГц, а спектр ^{13}C ЯМР — на частоте 126 МГц. Химические сдвиги выражали в δ (м.д.), константы спин-спинового взаимодействия J — в герцах. Остаточные сигналы CD_3OD учитывали в областях δ≈3,31 м.д. для ^{1}H и δ≈49,0 м.д. для ^{13}C [5].

Масс-спектрометрический анализ

Масс-спектрометрический анализ проводили на приборе Agilent LC/MS Q-TOF методом прямого ввода без хроматографической колонки. Молекулярная формула предполагаемого продукта — $C_8H_{11}N_3O_3S$, молярная масса — 229,26 г·моль$^{-1}$. При рассмотрении спектра учитывали необходимость отдельной проверки точного массового соответствия зарегистрированных ионов предполагаемой формуле; анализ MS/MS не проводился.

Оценка экспериментальных данных

Структурную характеристику выделенного продукта проводили на основе совместного анализа данных ^{1}H и ^{13}C ЯМР и масс-спектрометрии. Химические сдвиги сопоставляли с литературными данными; атрибуция молекулярных ионов требует соответствия экспериментальных и расчётных точных масс и рассматривается отдельно в разделе «Результаты и обсуждение».

Результаты и обсуждение

Синтез п-толуолсульфонилсемикарбазида и сравнительный анализ с литературными методами

Из п-толуолсульфонилмочевины (2,14 г; 9,99 ммоль) и 80 %-ного гидразингидрата (0,9 мл; приблизительно 14,8 ммоль) в абсолютном этаноле выделен твёрдый продукт. Гидразингидрат добавляли в течение 1,5 ч, затем реакционную смесь кипятили с обратным холодильником 7 ч. После охлаждения смесь выдерживали в холодильнике 24 ч; осадок отфильтровывали, промывали холодным этанолом, сушили под вытяжкой 24 ч и дополнительно при 60 °C в течение 15 мин. Масса выделенного материала составила 1,6264 г. Отношение этой массы к навеске исходной мочевины равно 76,0 % (1,6264/2,14 × 100). Это массовое отношение, а не стехиометрический выход реакции. При 1:1 стехиометрии расчётная масса целевого соединения ($C_8H_{11}N_3O_3S$, M = 229,26 г·моль$^{-1}$) составляет 2,290 г. Значения Rf исходного вещества и выделенного продукта в системе $CHCl_3$–MeOH (9:1) составили 0,18 и 0,40 соответственно.

Патент CN102050778B описывает гидразинолиз той же исходной мочевины в н-бутаноле с Na_2CO_3: после 12 ч кипячения выход составил 71,6 %, а при дополнительной отгонке части растворителя — 93,4 % [3]. Safaei-Ghomi получил производное из п-толуолсульфонилхлорида и семикарбазида в присутствии основного Al_2O_3 за 15 мин с выходом 83 % [7]. В патенте CN110642758A п-толуолсульфонилхлорид сначала превращали в сульфинат, затем вводили азодикарбонамид; выход второй стадии составил 98,1–98,8 % при чистоте 99,3–99,5 % по ВЭЖХ [9]. Последние значения относятся к отдельной стадии, поэтому напрямую сравнивать их с выходом из исходной мочевины нельзя.

Таблица 2.

Сравнение способов получения п-толуолсульфонилсемикарбазида

Способ и ссылка	Число стадий; время	Выделение и очистка	Выход; чистота	Преимущество	Ограничение
Настоящая работа	1; добавление 1,5 ч, кипячение 7 ч, охлаждение 24 ч	Фильтрование, холодный EtOH; 24 ч под вытяжкой и 15 мин при 60 °C; без перекристаллизации	1,6264 г; отношение масс 76,0%; расчётно 71,0% без поправки на чистоту; чистота не измерена	Без добавленного основания и кислотной нейтрализации	Выдержка и сушка длительны; выход чистого вещества не установлен
CN102050778B [9]	1; кипячение 12 ч	Вода, разделение фаз, HCl до pH 7; для выхода 93,4% отгонка части н-бутанола	71,6% либо 93,4%; чистота не приведена	Та же исходная мочевина	Na_2CO_3, н-бутанол, нейтрализация; во втором варианте отгонка
Safaei-Ghomi [4]	1; 15 мин	Отделение Al_2O_3, упаривание, промывка, перекристаллизация	83%; количественная чистота не приведена	Короткое время реакции	Другой исходный субстрат, сорбент и перекристаллизация
CN110642758A [10]	2; общее время не указано	После второй стадии охлаждение, фильтрование, промывка, сушка	98,1–98,8% для стадии 2; 99,3–99,5% по ВЭЖХ	Высокий выход на стадии 2 и определённая чистота	Две стадии, Na_2SO_3, основание и контроль pH; выход не общий

Таким образом, наблюдаемое преимущество исследованной процедуры касается операций синтеза и выделения: не требуются добавление неорганического основания и последующее подкисление. Утверждать превосходство по выходу нельзя. Сравнение чисел также ограничено отсутствием определения чистоты собственного продукта и различием исходных веществ в отдельных литературных методиках [7, 3, 9].

Спектральный анализ ^{1}H и ^{13}C ЯМР

В представленном спектре ^{1}H ЯМР (500 МГц, CD_3OD) наблюдаются две пары ароматических сигналов около δ 7,81 и 7,29 м.д. и синглет метильной группы около δ 2,41 м.д. (рис. 1). Их совокупность согласуется с пара-замещённым п-толильным фрагментом. В патенте CN110642758A для этого соединения в DMSO-d_6 приведены δ 2,50 м.д. для Ar–CH_3 и δ 7,37–7,69 м.д. для ароматических протонов [9]. Сигналы NH и NH_2, отмеченные в том патенте при δ 5,93; 7,92 и 9,39 м.д., нельзя напрямую сопоставлять с измерением в CD_3OD из-за обмена протонов с дейтерием. Остаточный сигнал CD_3OD при δ ≈ 3,31 м.д. учитывали отдельно [5].

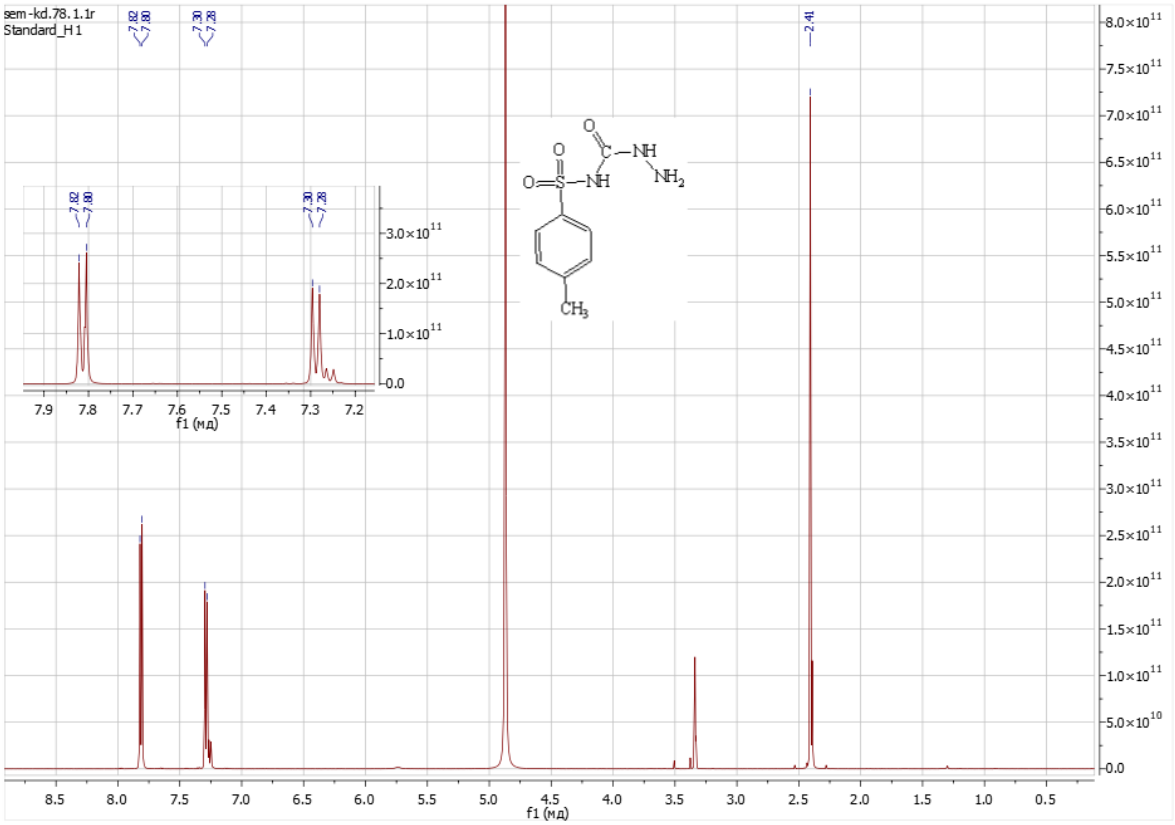


Рисунок 1. ^{1}H ЯМР-спектр п-толуолсульфонилсемикарбазида (500 МГц, CD_3OD)

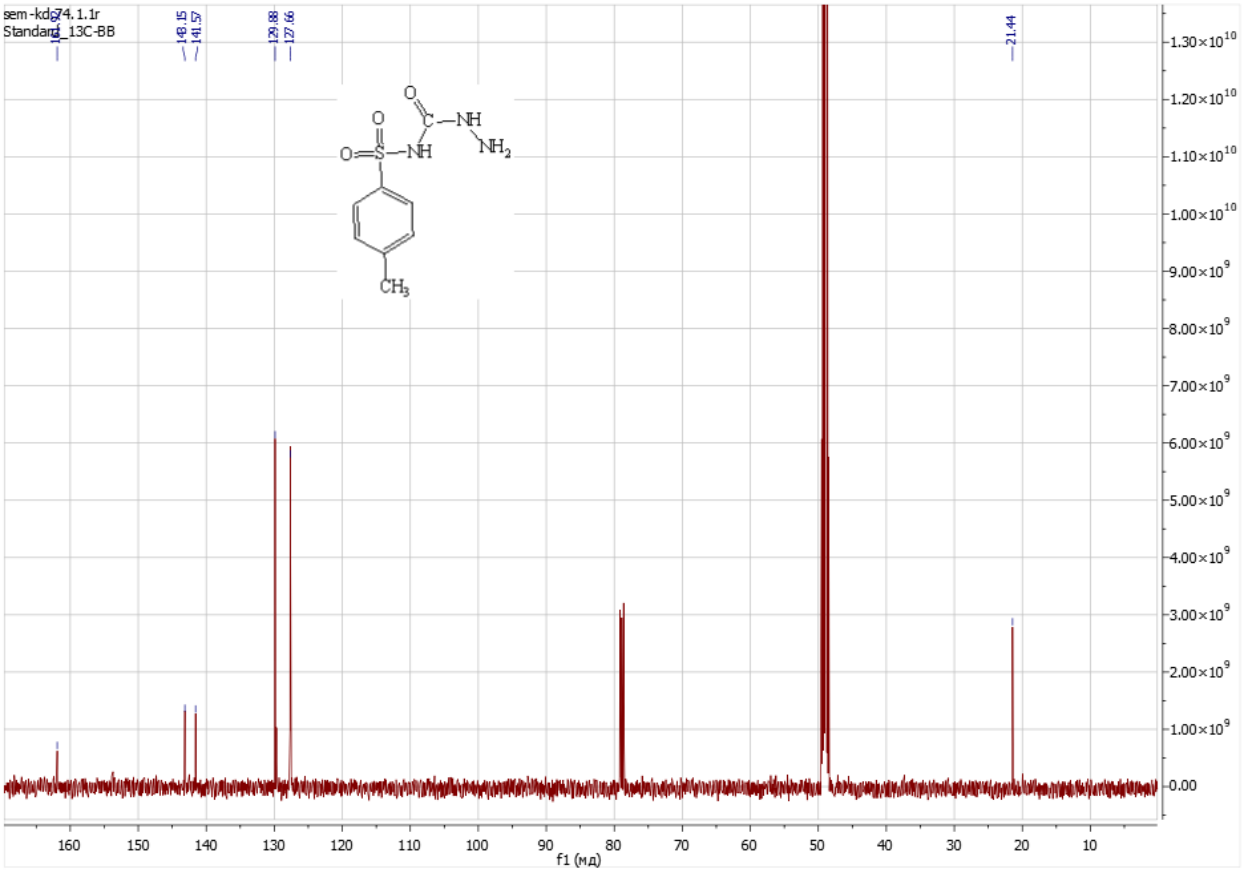


Рисунок 2. ^{13}C ЯМР спектр п-толуолсульфонилсемикарбазида (126 МГц, CD_3OD)

На спектре ^{13}C ЯМР (126 МГц, CD_3OD) отмечены шесть сигналов целевого фрагмента: δ≈161–162 м.д. (C=O), 143,15 и 141,57 м.д. (четвертичные атомы ароматического кольца), 129,88 и 127,66 м.д. (две пары ароматических CH), 21,44 м.д. (Ar–CH_3; рис. 2). Шесть резонансов при восьми атомах углерода согласуются с эквивалентностью C-2/C-6 и C-3/C-5 пара-замещённого кольца. Интенсивный сигнал CD_3OD при δ≈49 м.д. к продукту не относили [5]. Данные ^{13}C ЯМР для того же соединения в сопоставляемом патенте не приведены [9].

Таблица 2.

Сопоставление спектральных и физических характеристик

Показатель	Настоящая работа	Литературные данные	Оценка
^{1}H ЯМР, Ar–CH_3	δ ≈ 2,41 (CD_3OD)	δ 2,50 (DMSO-d_6) [10]	Согласуется с п-толильной группой
^{1}H ЯМР, Ar–H	δ ≈ 7,81 и 7,29 (CD_3OD)	δ 7,37–7,69 (DMSO-d_6) [10]	Различие растворителей ограничивает количественное сравнение
^{1}H ЯМР, NH/NH_2	Не отнесены однозначно	δ 5,93; 7,92; 9,39 (DMSO-d_6) [10]	В CD_3OD возможен H/D-обмен
^{13}C ЯМР	δ ≈ 161–162; 143,15; 141,57; 129,88; 127,66; 21,44 (по рис. 2)	В патенте [10] не приведено	Шесть сигналов согласуются с симметрией кольца
$[M+H]^+$, точная масса	Наблюдается m/z 230,17672; расхождение ≈ 510 ppm	Расчёт для $C_8H_{11}N_3O_3S$: m/z 230,05939	HRMS-подтверждения нет
Температура плавления	Не измерялась	235–237 °C [4]	Литературное значение не характеризует наш образец

Масс-спектрометрический анализ

При прямом вводе без хроматографической колонки зарегистрирован максимум общего ионного сигнала около 0,437 мин и масс-спектр соответствующего сканирования (рис. 3). Время на панели A обозначает момент сканирования, а не время хроматографического удерживания.

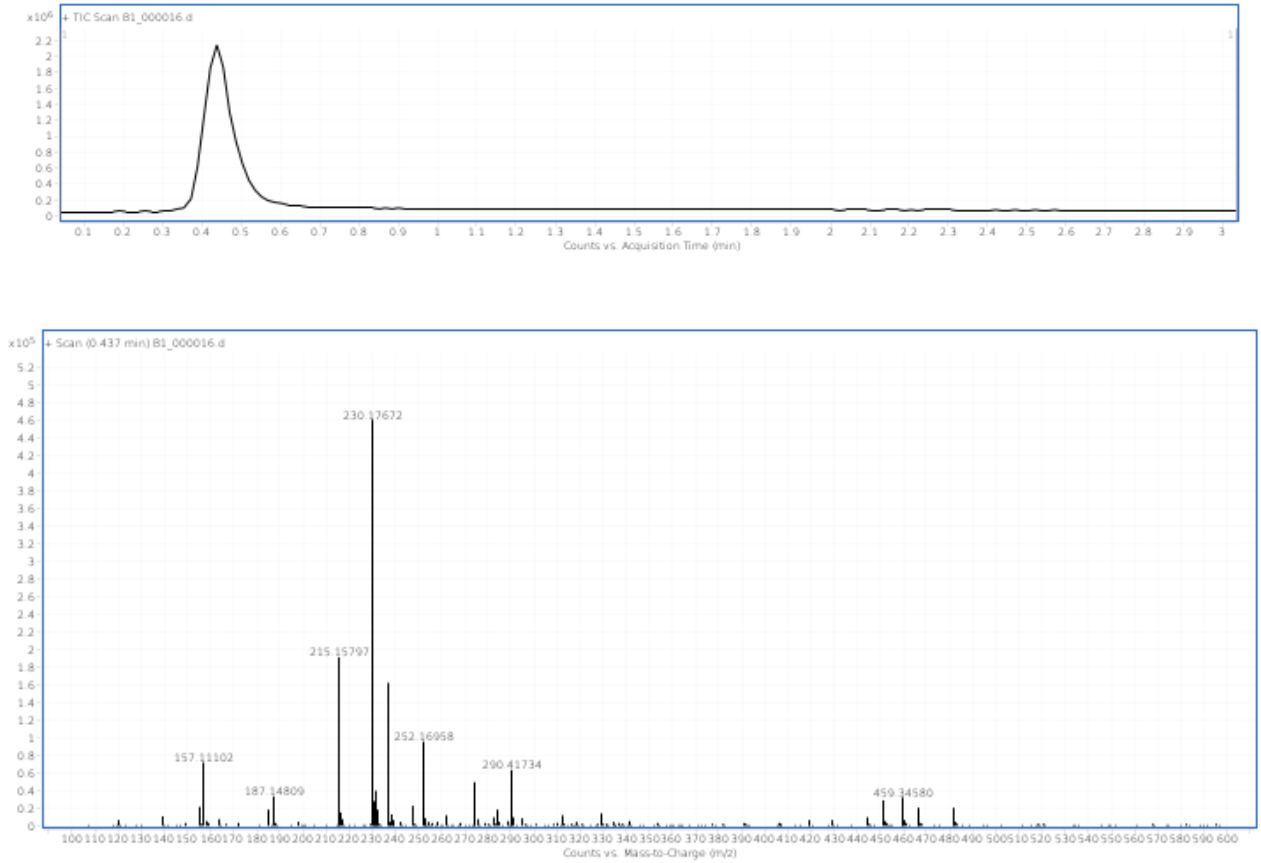


Рисунок 3. Сигналы, полученные методом прямого ввода на Agilent LC/MS Q-TOF: A — общий ионный сигнал; B — масс-спектр п-толуолсульфонилсемикарбазида

При прямом вводе в масс-спектре, соответствующем максимуму общего ионного сигнала при 0,437 мин, зарегистрирован интенсивный пик m/z 230,17672. Также наблюдаются сигналы m/z 252,16958 и 459,34580 (рис. 3). По номинальным массам эту серию сигналов можно соотнести с ионами $[M+H]^+$, $[M+Na]^+$ и $[8M+H]^+$ п-толуолсульфонилсемикарбазида. В сочетании с данными ^1H и ^{13}C ЯМР масс-спектрометрические результаты поддерживают отнесение выделенного продукта к предполагаемой структуре.

При сравнении с расчётными точными массами указанных ионов (230,05939; 252,04133 и 459,11150 соответственно) выявлено близкое относительное смещение всех трёх сигналов, около 509–510 ppm. Единообразный характер отклонения позволяет предположить систематическое смещение массовой шкалы при регистрации или обработке данных. Проверка калибровки и повторная обработка исходного файла позволят уточнить значения точных масс и дополнить структурное подтверждение продукта.

Заключение

При взаимодействии п-толуолсульфонилмочевины с 80 %-ным гидразингидратом в абсолютном этаноле выделено 1,6264 г твёрдого продукта. Отношение его массы к массе исходного реагента составляет 76,0 %. Особенность процедуры состоит в отсутствии добавленного неорганического основания и кислотной нейтрализации при выделении осадка.

Структура синтезированного продукта подтверждена на основе данных ^{1}H и ^{13}C ЯМР, а также масс-спектрометрии. В спектрах ЯМР зафиксированы сигналы, характерные для п-толильного фрагмента, метильной группы и карбониласемикарбазида, а в масс-спектре наблюдался ион $[M+H]^+$ при m/z 230.17672. Взаимное соответствие полученных спектральных данных показало, что выделенное соединение соответствует структуре п-толуолсульфонилсемикарбазида.

Список литературы

1. Bogolubsky A.V., Moroz Y.S., Mykhailiuk P.K. et al. Facile one-pot synthesis of 4-substituted semicarbazides // RSC Advances. – 2015. – T. 5. – P. 1063–1069. – DOI: 10.1039/C4RA12425A.
2. Carrasco F., Hernández W., Chupayo O., Pumachagua R. et al. Novel Derivatives of Phenylisoxazole-3/5-Carbaldehyde Semicarbazone: Synthesis, Characterization, and Computational Studies // Journal of Chemistry. – 2024. – T. 2024, № 1. – Art. 8891272. – DOI: 10.1155/2024/8891272.
3. Che D., Du X. Method for synthesizing gliclazide and intermediate thereof. Patent CN102050778B. China. – 2012.
4. Glukhacheva V.S., Il’yasov S.G., Kazantsev I.V. et al. New Reaction Products of Acetylacetone with Semicarbazide Derivatives // ACS Omega. – 2021. – T. 6, № 12. – P. 8637–8645. – DOI: 10.1021/acsomega.1c00518.
5. Gottlieb H.E., Kotlyar V., Nudelman A. NMR Chemical Shifts of Common Laboratory Solvents as Trace Impurities // Journal of Organic Chemistry. – 1997. – T. 62, № 21. – P. 7512–7515. – DOI: 10.1021/jo971176v.
6. Krátký M., Houngbedji N.-H. Vinšová J. Hydrazinecarboxamides: Comprehensive review of their anticancer, anticonvulsive, anti-inflammatory, enzyme inhibition, antioxidant and other activities // European Journal of Medicinal Chemistry. – 2024. – T. 279. – Art. 116835. – DOI: 10.1016/j.ejmech.2024.116835.
7. Safaei-Ghomi J. An efficient synthesis of sulfonylhydrazides and sulfonylsemicarbazides by utilizing alumina as a catalyst // Journal of the Chinese Chemical Society. – 2007. – T. 54, № 6. – P. 1561–1563. – DOI: 10.1002/jccs.200700220.
8. Shahzadi A., Fatima N., Shahzad S.A. et al. Synthesis, Characterization, Anticancer, Antioxidant, and In Silico Evaluation of Semicarbazides and Thiosemicarbazides // ACS Omega. – 2025. – T. 10, № 30. – P. 33383–33392. – DOI: 10.1021/acsomega.5c03358.
9. Synthetic method of p-toluenesulfonyl semicarbazide foaming agent. Patent CN110642758A. China. – 2020.
10. Xie Y., Wang X., Jia H., Chu N. Discovery of water-soluble semicarbazide-containing sulfonamide derivatives possessing favorable anti-glaucoma effect in vivo and drug-like properties // Saudi Pharmaceutical Journal. – 2024. – T. 32, № 3. – Art. 101969. – DOI: 10.1016/j.jsps.2024.101969.

References

1. Bogolubsky A.V., Moroz Y.S., Mykhailiuk P.K. et al. Facile one-pot synthesis of 4-substituted semicarbazides // RSC Advances. – 2015. – Vol. 5. – P. 1063–1069. – DOI: 10.1039/C4RA12425A.
2. Carrasco F., Hernández W., Chupayo O., Pumachagua R. et al. Novel Derivatives of Phenylisoxazole-3/5-Carbaldehyde Semicarbazone: Synthesis, Characterization, and Computational Studies // Journal of Chemistry. – 2024. – Vol. 2024. – Art. 8891272. – DOI: 10.1155/2024/8891272.
3. Che D., Du X. Method for synthesizing gliclazide and intermediate thereof. Patent CN102050778B. China. – 2012.
4. Glukhacheva V.S., Il'yasov S.G., Kazantsev I.V. et al. New Reaction Products of Acetylacetone with Semicarbazide Derivatives // ACS Omega. – 2021. – Vol. 6, No. 12. – P. 8637–8645. – DOI: 10.1021/acsomega.1c00518.
5. Gottlieb H.E., Kotlyar V., Nudelman A. NMR Chemical Shifts of Common Laboratory Solvents as Trace Impurities // Journal of Organic Chemistry. – 1997. – Vol. 62, No. 21. – P. 7512–7515. – DOI: 10.1021/jo971176v.
6. Krátký M., Houngbedji N.-H. Vinšová J. Hydrazinecarboxamides: Comprehensive review of their anticancer, anticonvulsive, anti-inflammatory, enzyme inhibition, antioxidant and other activities // European Journal of Medicinal Chemistry. – 2024. – Vol. 279. – Art. 116835. – DOI: 10.1016/j.ejmech.2024.116835.
7. Safaei-Ghomi J. An efficient synthesis of sulfonylhydrazides and sulfonylsemicarbazides by utilizing alumina as a catalyst // Journal of the Chinese Chemical Society. – 2007. – Vol. 54, No. 6. – P. 1561–1563. – DOI: 10.1002/jccs.200700220.
8. Shahzadi A., Fatima N., Shahzad S.A. et al. Synthesis, Characterization, Anticancer, Antioxidant, and In Silico Evaluation of Semicarbazides and Thiosemicarbazides // ACS Omega. – 2025. – Vol. 10, No. 30. – P. 33383–33392. – DOI: 10.1021/acsomega.5c03358.
9. Synthetic method of p-toluenesulfonyl semicarbazide foaming agent. Patent CN110642758A. China. – 2020.
10. Xie Y., Wang X., Jia H., Chu N. Discovery of water-soluble semicarbazide-containing sulfonamide derivatives possessing favorable anti-glaucoma effect in vivo and drug-like properties // Saudi Pharmaceutical Journal. – 2024. – Vol. 32, No. 3. – Art. 101969. – DOI: 10.1016/j.jsps.2024.101969.

ФИЗИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Статья поступила в редакцию: 24.09.2026
Статья принята к публикации: 30.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 544.723:546.05

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23481

Исследование процесса синтеза и элементного состава металлоорганических каркасов с использованием современного аналитического метода

Ахмадов Маджиджон Ашраф угли
ассистент
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада ал-Хорезми
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: m.axmadov@tuit.uz

Холиков Камолиддин Абдуганиевич
д-р философии (PhD) по техническим наукам, старший преподаватель
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада ал-Хорезми
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: xoliqov260887@gmail.com

Халилов Сарвар Самадович
д-р филос. (PhD) по педагогическим наукам, ст. преп
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада ал-Хорезми
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: sarvarsamadovich@gmail.com

Нурова Наргиза Дилмурод кизи
школьный советник, Специализированная государственная общеобразовательная школа № 10
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: nargizanurova08@gmail.com

Гайбуллаева Дилдора Уктам кизи
библиотекарь, филиал Российского государственного университета нефти и газа имени И.М. Губкина в
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: xurramovadildora0@gmail.com

Уракбоев Бекзод Тоштемирович
начальник отдела учебно-методического обеспечения Национальный институт художеств и дизайна имени Камолиддина Бехзода
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: urakboyevbekzod@gmail.com

Библиографическое описание: Исследование процесса синтеза и элементного состава металлоорганических каркасов с использованием современного аналитического метода // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Ахмадов М.А.У. [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23481

Investigation of the synthesis process and elemental composition of metal–organic frameworks using a modern analytical method

Akhmadov Majidjon Ashraf ugli
Assistant
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent
Kholikov Kamoliddin Abduganiyevich
doctor of Philosophy (PhD) in Technical Sciences, Senior Lecturer
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent
Khalilov Sarvar Samadovich
doctor of Philosophy (PhD) in Pedagogical Sciences, Senior Lecturer
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent
Nurova Nargiza Dilmurod qizi
School Counselor, Specialized State General Education School No. 10
Uzbekistan, Tashkent Region
Gaybullaeva Dildora Uktam qizi
Librarian, Branch of the Gubkin Russian State University of Oil and Gas in Tashkent
Uzbekistan, Tashkent
Urakboev Bekzod Toshtemirovich
Head of the Department of Educational and Methodological Support, National Institute of Fine Arts and Design named after Kamoliddin Behzad
Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

В настоящем исследовании ZIF-8 (цеолитоподобный имидазолатный каркас-8) успешно синтезирован сольвотермальным методом в среде метанола с использованием гексагидрата нитрата цинка [$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$] и 2-метилимидазола (2-MIM) в качестве исходных веществ. Молярное соотношение Zn^{2+} к 2-MIM было задано как 1:843; при этом 8,32 г $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ и 19,36 г 2-MIM по отдельности растворяли в 70 мл метанола. Два прозрачных раствора объединяли путем капельного добавления и перемешивали при комнатной температуре со скоростью 800 об/мин в течение 1 ч. Затем смесь переносили в автоклав из нержавеющей стали с тефлоновым вкладышем и подвергали сольвотермальной обработке при 105 °C в течение 24 ч (скорость нагрева 4 °C/мин; скорость охлаждения 0,4 °C/мин). Образовавшийся белый осадок отделяли гравитационным фильтрованием, трижды промывали метанолом (3×120 мл), сушили при 80 °C в течение 6 ч и активировали при 150 °C в течение 8 ч для удаления остаточных молекул растворителя из поровых каналов. Выход продукта составил 5,13 г, что соответствует 80,7 % от теоретического значения. Синтезированный материал предназначен для структурного исследования с использованием методов элементного анализа.

Abstract

In the present study, ZIF-8 (zeolitic imidazolate framework-8) was successfully synthesized via a solvothermal method in methanol using zinc nitrate hexahydrate [$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$] and 2-methylimidazole (2-MIM) as starting materials. The molar ratio of Zn^{2+} to 2-MIM was set at 1:843; specifically, 8.32 g of $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ and 19.36 g of 2-MIM were separately dissolved in 70 mL of

methanol. The two clear solutions were combined by dropwise addition and stirred at room temperature at 800 rpm for 1 h. The resulting mixture was then transferred into a Teflon-lined stainless-steel autoclave and subjected to solvothermal treatment at 105 °C for 24 h, with heating and cooling rates of 4 °C min^{-1} and 0.4 °C min^{-1}, respectively. The resulting white precipitate was separated by gravity filtration, washed three times with methanol (3 × 120 mL), dried at 80 °C for 6 h, and subsequently activated at 150 °C for 8 h to remove residual solvent molecules from the pore channels. The product yield was 5.13 g, corresponding to 80.7 % of the theoretical yield. The synthesized material was intended for structural characterization using elemental analysis techniques.

Ключевые слова: ZIF-8, цеолитоподобные имидазолатные каркасы, металлоорганические каркасы, сольвотермальный синтез, гексагидрат нитрата цинка, 2-метилимидазол, элементный анализ, рентгенофлуоресцентный анализ (XRF), стехиометрический состав, микропористые материалы.

Keywords: ZIF-8, zeolitic imidazolate frameworks, metal–organic frameworks, solvothermal synthesis, zinc nitrate hexahydrate, 2-methylimidazole, elemental analysis, X-ray fluorescence analysis (XRF), stoichiometric composition, microporous materials.

Введение

Металлоорганические каркасы (МОК) представляют собой класс высокоупорядоченных пористых кристаллических структур, образующихся в результате координационного связывания ионов или кластеров металлов с полифункциональными органическими лигандами. Благодаря высокой удельной площади поверхности, регулируемому размеру пор и широким возможностям модификации структурных компонентов МОК активно исследуются для хранения и разделения газов, катализа, сорбции, сенсорики и доставки лекарственных веществ [5].

Особый и перспективный подкласс МОК образуют цеолитоподобные имидазолатные каркасы (ZIF, Zeolitic Imidazolate Frameworks). В этих соединениях ионы переходных металлов (обычно Zn^{2+} или Co^{2+}) координируются с лигандами на основе имидазолата в тетраэдрической геометрии. Благодаря тому, что угол связи M–Im–M (~145°) близок к углу Si–O–Si, формируются топологии, характерные для цеолитов (sodalite, sod, rho и др.) [13]. Такое структурное сходство обеспечивает ZIF значительно более высокую термическую (до 400 °C) и химическую устойчивость к воздействию воды, щелочей и органических растворителей по сравнению со многими традиционными МОК, что повышает привлекательность этих материалов для промышленного применения [13, 8].

Внутри данного класса ZIF-8 каркас с содалитовой топологией, образованный ионами цинка и 2-метилимидазолатными лигандами, является одним из наиболее изученных и практически перспективных материалов. ZIF-8 характеризуется высокой микропористостью (удельная площадь поверхности ~1300-1900 $м^2/г$), малым размером входного окна пор (~3,4 Å) и значительным диаметром полости (~11,6 Å). Эти свойства обусловливают возможность его применения в мембранах для разделения газовых смесей CO_2/CH_4 и CO_2/N_2, в качестве носителя гетерогенных катализаторов, в газовых сенсорах и системах контролируемой доставки лекарственных веществ [8, 10, 11].

В литературе описано несколько методов синтеза ZIF-8: традиционный сольвотермальный синтез, осаждение при комнатной температуре, микроволновая активация и механохимический метод [7, 12]. Cravillon и соавторы показали возможность быстрого получения нанокристаллов ZIF-8 в метанольной среде при комнатной температуре [7], тогда как Pan и соавторы описали еще более быстрый процесс кристаллизации в водной среде при комнатной температуре [12]. Вместе с тем многие исследователи отдают предпочтение сольвотермальному методу синтезу в автоклаве при контролируемых температуре и давлении благодаря высокой кристалличности продукта, воспроизводимому распределению частиц по размерам и стабильности качественных характеристик [1, 4].

В ряде работ показано, что условия синтеза, в частности молярное соотношение иона металла и лиганда, природа растворителя, температура и продолжительность реакции, непосредственно влияют на кинетику кристаллизации ZIF-8, морфологию частиц и выход продукта [4, 6]. Отмечено, что значительный избыток лиганда по отношению к Zn^{2+} (обычно при молярных соотношениях от 1:4 до 1:70 и выше) способствует формированию мелких однородных кристаллов [1]. Однако исследований, посвященных детальной оценке фактического элементного состава образцов ZIF-8, синтезированных при чрезвычайно высоком избытке лиганда (например, при соотношениях выше 1:800), а также степени отклонения их состава от теоретической стехиометрической формулы методами элементного анализа, пока недостаточно [6, 3].

В то же время точная оценка химической чистоты синтезированных образцов ZIF-8, наличия в них остаточного растворителя и несвязанного лиганда имеет принципиальное значение для стабильности и воспроизводимости материала при практическом применении. Надежная оценка возможна при комплексном сопоставлении данных элементного анализа с результатами структурных и морфологических исследований [3, 9].

Материалы и методы

Для синтеза цеолитоподобного имидазолатного каркаса ZIF-8 использовали два основных исходных компонента: гексагидрат нитрата цинка [$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$] в качестве источника металла и 2-метилимидазол (2-MIM, $C_4H_6N_2$) в качестве органического линкера (лиганда). В качестве растворителя применяли метанол аналитической чистоты (CH_3OH), выбранный вследствие его способности хорошо растворять как соль металла, так и органический лиганд, низкой температуры кипения и способности создавать благоприятную среду для кристаллизации продукта реакции. Все реагенты использовали без дополнительной очистки в исходном виде, полученном от поставщика.

Для синтеза молярное соотношение иона цинка и лиганда было установлено на уровне 1:843, то есть при значительном избытке лиганда; данный подход был направлен на получение мелких и однородных кристаллических частиц. Для этого 8,32 г $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ растворяли при перемешивании в 70 мл метанола до полного растворения. Аналогично 19,36 г 2-метилимидазола отдельно растворяли в 70 мл метанола с получением второго прозрачного раствора. Оба раствора готовили при комнатной температуре на магнитной мешалке до полного исчезновения осадка.

Раствор соли цинка медленно, по каплям, добавляли к раствору 2-метилимидазола; такой способ использовали для предотвращения локального пересыщения и обеспечения равномерного контроля роста частиц. После объединения растворов полученную смесь непрерывно перемешивали при комнатной температуре со скоростью 800 об/мин в течение 1 ч. При этом происходило первоначальное формирование координационных связей между ионами Zn^{2+} и депротонированными имидазолатными группами, после чего система была подготовлена к последующей гидротермальной (сольвотермальной) обработке.

Подготовленную реакционную смесь переносили в герметичный автоклав с тефлоновым вкладышем и наружным корпусом из нержавеющей стали. Автоклав нагревали со скоростью 4 °C/мин до 105 °C и выдерживали при этой температуре в течение 24 ч. Относительно низкая скорость нагрева и длительная изотермическая выдержка способствовали постепенному и упорядоченному формированию кристаллической решетки. После завершения реакции автоклав охлаждали до комнатной температуры со скоростью 0,4 °C/мин. Такой режим медленного охлаждения был выбран для снижения вероятности образования кристаллических дефектов вследствие термических напряжений и сохранения структурной целостности конечного продукта.

Белый кристаллический осадок, образовавшийся в реакционной среде после извлечения из автоклава, отделяли от жидкой фазы методом гравитационного фильтрования. Для максимально полного удаления непрореагировавшего лиганда и следов растворимых солей осадок трижды промывали чистым метанолом по 120 мл за один цикл (всего 3×120 мл). Промытый образец сушили при 80 °C в течение 6 ч, после чего дополнительно активировали в вакууме при 150 °C в течение 8 ч для удаления остаточных молекул растворителя, удерживаемых в микропористых каналах материала. Стадия активации имеет определяющее значение для подготовки открытой пористой структуры ZIF-8 к последующим анализам, поскольку остаточные молекулы растворителя в порах могут искажать результаты определения элементного состава.

После завершения всех технологических стадий масса полученных сухих кристаллов ZIF-8 составила 5,13 г. По сравнению с теоретическим выходом, рассчитанным исходя из количества исходных реагентов, практический выход составил 80,7 %, что указывает на относительно высокую эффективность примененного метода синтеза.

Для количественной оценки элементного состава синтезированного и активированного образца ZIF-8 использовали автоматизированный CHN(S)-элементный анализатор. Предварительно взвешенный сухой образец, массу которого определяли на весах с микрограммовой точностью, полностью сжигали в атмосфере чистого кислорода в высокотемпературной камере сгорания (обычно 950–1000 °C). Образовавшиеся газообразные продукты сгорания (CO_2, пары H_2O и оксиды азота, впоследствии восстанавливаемые до молекулярного азота) разделяли с помощью хроматографических колонок и количественно регистрировали детектором теплопроводности (TCD). Таким образом определяли массовые доли углерода (C), водорода (H) и азота (N) в образце. Для каждого образца измерения повторяли не менее трех раз, рассчитывая среднее значение и стандартное отклонение. Определенные содержания C, H и N сопоставляли со значениями, рассчитанными по теоретической (стехиометрической) формуле ZIF-8, что позволяло оценить химическую чистоту синтезированного материала и наличие либо отсутствие следов

несвязанного лиганда или остаточного растворителя. Для более полной оценки окончательной структурной чистоты материала результаты элементного анализа обсуждались совместно с данными дополнительных инструментальных методов, представленными в последующих разделах.

Результаты и обсуждение

Элементный состав синтезированного образца ZIF-8 (XRF, метод FP). Для количественной оценки неорганического элементного состава активированного образца ZIF-8 был проведен рентгенофлуоресцентный анализ (XRF) методом фундаментальных параметров (FP) в режиме рассеяния (Scatter). Полученные результаты обобщены в таблице 1.

Таблица 1.

Анализ содержания основного компонента — цинка (Zn)

№	Элемент	Результат, масс.%	Статистическая ошибка	LLD	LLQ
1	Cl	0,0348	0,0001	<0,0001	0,0003
2	Si	0,0179	0,0003	0,0003	0,0010
3	S	0,0103	0,0001	0,0002	0,0005
4	K	0,0027	0,0003	0,0006	0,0018
5	Ca	0,0026	0,0002	0,0003	0,0010
6	Ti	(0,0003)	<0,0001	0,0001	0,0004
7	Fe	0,0037	0,0002	0,0004	0,0011
8	Ni	0,0010	0,0001	0,0003	0,0009
9	Zn	8,62	0,0284	<0,0001	0,0002
10	Zr	0,0729	0,0012	0,0001	0,0003
11	Ag	0,0005	<0,0001	0,0001	0,0004

Из данных таблицы следует, что цинк является доминирующим элементом в образце; его массовая доля составила 8,62 масс.%, что в 100–1000 раз превышает содержание всех остальных обнаруженных элементов. Полученный результат подтверждает присутствие Zn^{2+} в составе синтезированного материала в качестве тетраэдрического координационного центра каркасной структуры и согласуется с ожидаемым характером металл-лигандного строения ZIF-8. Статистическая ошибка определения Zn (0,0284) свидетельствует о высокой относительной надежности результата, поскольку ее величина составляет менее 0,5 % измеренного значения.

Analyzed result(FP method, Scatter)

No.	Component	Result	Unit	Stat. Err.	LLD	LLQ
1	Cl	0.0348	mass%	0.0001	<0.0001	0.0003
2	Si	0.0179	mass%	0.0003	0.0003	0.0010
3	S	0.0103	mass%	0.0001	0.0002	0.0005
4	K	0.0027	mass%	0.0003	0.0006	0.0018
5	Ca	0.0026	mass%	0.0002	0.0003	0.0010
6	Ti	(0.0003)	mass%	<0.0001	0.0001	0.0004
7	Fe	0.0037	mass%	0.0002	0.0004	0.0011
8	Ni	0.0010	mass%	0.0001	0.0003	0.0009
9	Zn	8.62	mass%	0.0284	<0.0001	0.0002
10	Zr	0.0729	mass%	0.0012	0.0001	0.0003
11	Ag	0.0005	mass%	<0.0001	0.0001	0.0004

Spectrum

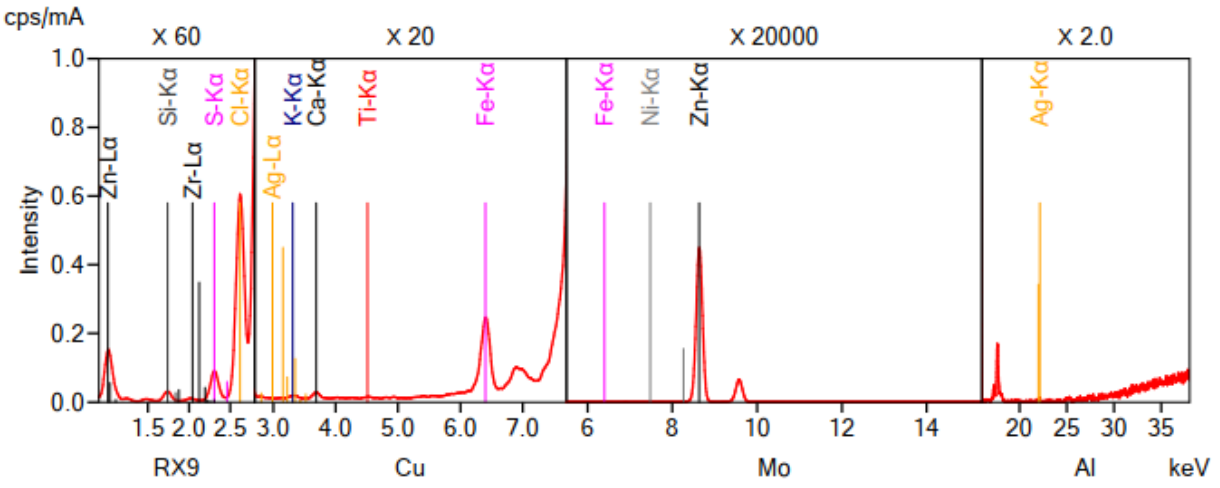


Рисунок 1. Результаты рентгенофлуоресцентного анализа (РФА) образца и его спектр

В спектре на рис. 1 высокоинтенсивные пики Zn-Kα (около 8,6 кэВ, в окне увеличения «×20000») и Zn-Lα (около 1,0 кэВ, в окне увеличения «×60») визуально подтверждают количественный результат: оба сигнала являются наиболее интенсивными в спектре образца, что дополнительно свидетельствует о доминирующем содержании цинка.

Анализ следовых элементов. Остальные десять обнаруженных элементов — Cl, Si, S, K, Ca, Ti, Fe, Ni, Zr и Ag зарегистрированы на уровне ниже 0,1 масс.%, то есть в следовых количествах. Их происхождение может быть интерпретировано следующим образом:

• Cl (0,0348 масс.%) и S (0,0103 масс.%) могут происходить из технологических примесей исходного реагента $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ либо из остаточных загрязнений на поверхности лабораторной посуды и оборудования, поскольку источники хлоридов или сульфатов специально в реакционную систему не вводились.

• Si (0,0179 масс.%) может рассматриваться как типичное фоновое загрязнение, способное переходить в образец из лабораторной стеклянной посуды или стекловолоконных материалов, используемых при фильтровании.

• K (0,0027 масс.%) и Ca (0,0026 масс.%) относятся соответственно к щелочным и щелочноземельным металлам и нередко присутствуют в виде остаточных следов в дистиллированной воде либо реагентах технической степени чистоты.

• Fe (0,0037 масс.%) и Ni (0,0010 масс.%) могут быть обусловлены микроскопическими следами коррозии вследствие кратковременного контакта реакционной среды с корпусом автоклава из нержавеющей стали и элементами перемешивающего оборудования.

• Значение Ti ((0,0003) масс.%) находится в непосредственной близости к пределу обнаружения (LLD); его указание в скобках свидетельствует о том, что данная величина представляет собой оценку вблизи предела обнаружения, а не статистически надежно определенное содержание.

• Zr (0,0729 масс.%) имеет относительно высокое значение среди следовых элементов; не исключено, что оно связано с фоновым сигналом от цирконийсодержащих материалов, используемых во внутренней калибровке XRF-прибора или в держателе образца.

• Ag (0,0005 масс.%) находится вблизи предела обнаружения и представляет собой крайне низкое, недостаточно надежное значение, соответствующее уровню случайного фонового загрязнения.

Значения для всех следовых элементов находятся выше соответствующих пределов обнаружения (LLD) и количественного определения (LLQ) либо близки к ним. Это свидетельствует о высокой чувствительности прибора, но одновременно подтверждает, что с метрологической точки зрения данные элементы присутствуют на следовом уровне и не оказывают существенного влияния на основной фазовый состав образца.

Применение на спектрограмме различных коэффициентов дифференциального увеличения для отдельных энергетических диапазонов (×60, ×20, ×20000, ×2,0) позволило визуально выделить даже низкоинтенсивные пики следовых элементов. Вместе с тем относительно широкие и низкоинтенсивные сигналы Si-Kα, S-Kα и Cl-Kα в низкоэнергетической области (1,5–3 кэВ) еще раз подтверждают, что их количественный вклад значительно меньше по сравнению с сигналом Zn. Сигнал Ag-Kα, зарегистрированный в высокоэнергетической области (20–35 кэВ, увеличение ×2,0), также крайне слаб, что указывает на практически пренебрежимо малое содержание серебра в образце.

Результаты XRF-анализа методом FP показали высокую чистоту синтезированного образца ZIF-8 по неорганическому составу: массовая доля обнаруженного цинка (8,62 масс. %) подтверждает его доминирующую роль как основного металлического компонента каркасной структуры, тогда как суммарное содержание остальных десяти обнаруженных элементов значительно ниже 1 масс.% и может рассматриваться как следовое технологическое загрязнение либо приборный фон. Совместное рассмотрение этих результатов с данными CHN-элементного анализа (углерод, водород, азот), приведенными в предыдущем разделе, позволяет более полно и надежно оценить химическую чистоту синтезированного ZIF-8 и соответствие его состава теоретической стехиометрической формуле.

Цеолитоподобный имидазолатный каркас ZIF-8 формируется в результате тетраэдрической координации иона Zn^{2+} четырьмя анионами 2-метилимидазолата — депротонированной формой лиганда 2-MIM. В процессе синтеза молекула 2-метилимидазола ($C_4H_6N_2$) теряет протон водорода связи N–H и превращается в имидазолат-анион ($C_4H_5N_2^-$), который через два атома азота выполняет функцию мостикового (bridging) лиганда, соединяя два соседних центра Zn^{2+}. Поскольку каждый ион цинка координирован четырьмя такими лигандами, элементарная повторяющаяся единица каркаса описывается общей формулой:

$Zn(C_4H_5N_2)_2$, то есть полная атомная формула $ZnC_8H_{10}N_4$.

В литературе эта формула также может быть сокращенно представлена как $Zn(MeIM)_2$ (MeIM — 2-метилимидазолат); бесконечная трехмерная сеть каркаса формируется за счет повторения данной элементарной единицы.

Расчет молекулярной массы. Молярную массу элементарной единицы рассчитывали на основании атомных масс элементов следующим образом

Таблица 2.

Теоретический элементный состав (масс.%)

Элемент	Число атомов	Атомная масса, г/моль	Вклад, г/моль
Zn	1	65,38	65,38
C	8	12,01	96,08
H	10	1,008	10,08
N	4	14,01	56,04
Итого (M)			**227,58 г/моль**

На основании приведенной молярной массы теоретический элементный состав формулы $ZnC_8H_{10}N_4$ определяется следующим образом:

• Zn: (65,38 / 227,58) × 100 = 28,74 масс.%

• C: (96,08 / 227,58) × 100 = 42,22 масс.%

• H: (10,08 / 227,58) × 100 = 4,43 масс.%

• N: (56,04 / 227,58) × 100 = 24,62 масс.%

Сопоставление с экспериментальными результатами. XRF-анализ методом FP, представленный в предыдущем разделе, предназначен преимущественно для количественного определения неорганических и сравнительно тяжелых элементов и, как правило, не обеспечивает надежного количественного определения легких элементов, таких как углерод, водород и азот. Поэтому зарегистрированное методом XRF содержание Zn (8,62 масс.%) относится к общей массе анализируемого образца, тогда как теоретическое значение 28,74 масс.% характеризует долю Zn в чистой элементарной единице $ZnC_8H_{10}N_4$. Различие между этими значениями в исходном материале связывается со следующими факторами:

• легкие элементы (C, H, N, O) не определяются XRF-прибором систематически, поэтому программное обеспечение может учитывать их как недетектируемую часть матрицы;

• при подготовке образца материал мог быть разбавлен матрицей, например связующим веществом или подложкой-носителем;

• остаточный метанол или адсорбированная влага, сохраняющиеся в порах после активации, могут увеличивать общую массу образца и снижать относительную долю Zn.

Тем не менее доминирование линий Zn-Kα и Zn-Lα в XRF-спектре по сравнению со всеми другими зарегистрированными элементами, а также содержание Zn, в 100–1000 раз превышающее содержание остальных десяти следовых элементов, качественно подтверждают, что цинк является единственным доминирующим металлическим компонентом каркаса. Для окончательной количественной оценки степени соответствия материала теоретической формуле необходимо рассматривать результаты XRF совместно с данными CHN-элементного анализа по содержанию углерода, водорода и азота, что

позволит восстановить полный массовый баланс образца (Zn + C + H + N ≈ 100 %) и проверить стехиометрическое соотношение лиганда и металла (теоретически 1:2, Zn:2-MIM).

Заключение

В результате проведенного исследования цеолитоподобный имидазолатный каркас ZIF-8 успешно синтезирован сольвотермальным методом на основе гексагидрата нитрата цинка [$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$] и 2-метилимидазола в метанольной среде при значительном избытке лиганда (Zn^{2+}:2-MIM = 1:843). Выдерживание реакционной смеси в автоклаве при 105 °C в течение 24 ч, последующее медленное охлаждение со скоростью 0,4 °C/мин и дополнительная активация при 150 °C в течение 8 ч обеспечили получение белого кристаллического продукта с высоким выходом 80,7 % (5,13 г), что указывает на технологическую эффективность и воспроизводимость примененного режима синтеза.

По результатам анализа элементного состава синтезированного образца методом XRF (метод фундаментальных параметров) цинк был определен как доминирующий компонент в количестве 8,62 масс.%, что подтверждает его присутствие в качестве основного координационного центра каркасной структуры ZIF-8. Остальные десять элементов (Cl, Si, S, K, Ca, Ti, Fe, Ni, Zr, Ag) зарегистрированы в концентрациях ниже 0,1 масс.% и интерпретированы как следовые фоновые примеси, связанные преимущественно с оборудованием для синтеза, чистотой реагентов и лабораторной средой. Полученные данные свидетельствуют о высокой чистоте синтезированного материала по неорганическому составу.

Сопоставление XRF-данных с теоретическим стехиометрическим составом, рассчитанным для формулы $ZnC_8H_{10}N_4$ (Zn — 28,74 масс.%, C — 42,22 масс.%, H — 4,43 масс.%, N — 24,62 масс.%), показывает наличие различия между экспериментальным и теоретическим содержанием Zn. В исходном тексте это различие связывается прежде всего с ограничениями XRF-метода в отношении легких элементов (C, H, N), а также с возможным влиянием следовых количеств влаги или растворителя в образце. При этом выраженное доминирование линий Zn-Kα и Zn-Lα в спектре относительно сигналов остальных элементов качественно согласуется с ожидаемым составом ZIF-8.

Полученные результаты практически подтверждают возможность сольвотермального синтеза ZIF-8 из гексагидрата нитрата цинка и 2-метилимидазола в метанольной среде при высоком избытке лиганда с высоким выходом и химической чистотой. Примененный подход, сочетающий параметры сольвотермального синтеза с результатами XRF-элементного анализа, может служить методической основой для контроля синтеза и оценки качественных характеристик ZIF-8 и других цеолитоподобных имидазолатных каркасов. В дальнейших исследованиях дополнение полученных данных результатами CHN-элементного анализа, FTIR-спектроскопии, XRD и BET позволит сформировать более полную структурно-композиционную характеристику материала и оценить перспективы его практического применения в хранении газов, катализе и сорбционных процессах.

Список литературы

1. Каримов, А.А. Координацион полимерларнинг таркиби ва тузилишини спектрал усуллар билан тадқиқ қилиш / А.А. Каримов, С.Ш. Рашидова // Universum: tabiiy fanlar. – 2019. – № 5.
2. Butova V.V., Soldatov M.A., Guda A.A. et al. Metal-organic frameworks: structure, properties, methods of synthesis and characterization // Russian Chemical Reviews. – 2016. – T. 85, № 3. – P. 280–307.
3. Cychosz K.A., Guzman-Castillo M., Fairen-Jimenez D. Characterization of metal-organic frameworks by gas adsorption: past, present and future // Chemical Society Reviews. – 2018. – T. 47. – DOI: 10.1039/C7CS00837F.
4. Farrusseng, D. Metal-Organic Frameworks: Applications from Catalysis to Gas Storage / D. Farrusseng. – Weinheim: Wiley-VCH, 2011.-Organic Frameworks: Applications from Catalysis to Gas Storage / D. -VCH, 2011.
5. Furukawa, H. The Chemistry and Applications of Metal-Organic Frameworks / H. Furukawa, K.E. Cordova, M. O'Keeffe, O.M. Yaghi // Science. – 2013. – T. 341. – DOI: 10.1126/science. 1230444.-
6. Kaskel, S. The Chemistry of Metal-Organic Frameworks: Synthesis, Characterization, and Applications / S. Kaskel. – Weinheim: Wiley-VCH, 2016.-Organic Frameworks: Synthesis, Characterization, and Applications / S. -VCH, 2016.
7. Khan N.A., Jhung S.H. Synthesis of metal-organic frameworks (MOFs) with microwave or ultrasound: Rapid reaction, phase-selectivity, and size reduction // Coordination Chemistry Reviews. – 2015. – T. 285. – P. 11–23.
8. Li H., Eddaoudi M., O'Keeffe M., Yaghi O.M. Design and synthesis of an exceptionally stable and highly porous metal-organic framework // Nature. – 1999. – T. 402. – P. 276–279.
9. Loiseau T., Serre C., Huguenard C. et al. A rationale for the large breathing of the porous aluminium terephthalate (MIL-53) upon hydration // Chemistry – A European Journal. – 2004. – T. 10. – P. 1373–1382.
10. Rowsell J.L.C., Yaghi O.M. Metal-organic frameworks: a new class of porous materials // Microporous and Mesoporous Materials. – 2004. – T. 73. – P. 3–14.
11. Stock N., Biswas S. Synthesis of Metal-Organic Frameworks (MOFs): Routes to Various MOF Topologies, Morphologies, and Composites // Chemical Reviews. – 2012. – T. 112, № 2. – P. 933–969.
12. Yusupov B.T., Nazarov Sh.B. Металлоорганик каркас материалларни синтез қилиш ва тадқиқ этиш усуллари // O'zbekiston kimyo jurnali. – 2020. – № 3.
13. Zhou H.-C., Long J.R., Yaghi O.M. Introduction to Metal-Organic Frameworks // Chemical Reviews. – 2012. – T. 112, № 2. – P. 673–674.

References

1. Karimov A.A., Rashidova S.Sh. Investigation of the composition and structure of coordination polymers using spectral methods. Universum: Tabiiy Fanlar. 2019. No. 5.

2. Butova V.V., Soldatov M.A., Guda A.A., et al. Metal–organic frameworks: Structure, properties, methods of synthesis and characterization. Russian Chemical Reviews. 2016. Vol. 85, No. 3. P. 280–307.
3. Cychosz K.A., Guzman-Castillo M., Fairen-Jimenez D. Characterization of metal–organic frameworks by gas adsorption: Past, present and future. Chemical Society Reviews. 2018. Vol. 47. DOI: 10.1039/C7CS00837F.
4. Farrusseng D. Metal–Organic Frameworks: Applications from Catalysis to Gas Storage. – Weinheim: Wiley-VCH, 2011.
5. Furukawa H., Cordova K.E., O'Keeffe M., Yaghi O.M. The chemistry and applications of metal–organic frameworks. Science. 2013. Vol. 341. DOI: 10.1126/science.1230444.
6. Kaskel S. The Chemistry of Metal–Organic Frameworks: Synthesis, Characterization, and Applications. – Weinheim: Wiley-VCH, 2016.
7. Khan N.A., Jhung S.H. Synthesis of metal–organic frameworks (MOFs) with microwave or ultrasound: Rapid reaction, phase-selectivity, and size reduction. Coordination Chemistry Reviews. 2015. Vol. 285. P. 11–23.
8. Li H., Eddaoudi M., O'Keeffe M., Yaghi O.M. Design and synthesis of an exceptionally stable and highly porous metal–organic framework. Nature. 1999. Vol. 402. P. 276–279.
9. Loiseau T., Serre C., Huguenard C., et al. A rationale for the large breathing of the porous aluminium terephthalate (MIL-53) upon hydration. Chemistry – A European Journal. 2004. Vol. 10. P. 1373–1382.
10. Rowsell J.L.C., Yaghi O.M. Metal–organic frameworks: A new class of porous materials. Microporous and Mesoporous Materials. 2004. Vol. 73. P. 3–14.
11. Stock N., Biswas S. Synthesis of metal–organic frameworks (MOFs): Routes to various MOF topologies, morphologies, and composites. Chemical Reviews. 2012. Vol. 112, No. 2. P. 933–969.
12. Yusupov B.T., Nazarov Sh.B. Methods for the synthesis and investigation of metal–organic framework materials. O'zbekiston Kimyo Jurnali (Uzbekistan Chemical Journal). 2020. No. 3.
13. Zhou H.-C., Long J.R., Yaghi O.M. Introduction to metal–organic frameworks. Chemical Reviews. 2012. Vol. 112, No. 2. P. 673–674.

Статья поступила в редакцию: 26.08.2026
Статья принята к публикации: 01.10.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 546.22+548.7

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23491

Структурно-фазовые характеристики гидротермально синтезированного цеолита NaP

Бахронов Хаёт Нурович
д-р хим. наук, проф.
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада аль-Хорезмий
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: baxronov@mail.ru

Мамадалиев Уткурбек Ахмадович
независимый исследователь, Наманганский государственный технический университет
Республика Узбекистан, г. Наманган
E-mail: utkurbekmamadaliev53@gmail.com

Султанов Амирхан Усубжон угли
базовый докторант
Наманганский государственный технический университет
Республика Узбекистан, г. Наманган
E-mail: amirxonsultonov34@gmail.com

Холмедов Хамид Махкамович
канд. физ.-мат. наук, доц., заведующий кафедрой физики Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада аль-Хорезмий
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: hxolmedov@mail.ru

Ганиев Аброр Саттарович
канд. физ.-мат. наук, доц.
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада аль-Хорезмий
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: ganiyev58@mail.ru

Ахмедова Нодира Аминджанова
канд. физ.-мат. наук, доц.
Ташкентский университет информационных технологий имени Мухаммада аль-Хорезмий
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: nodiraxon2402@gmail.com

Structural and phase characteristics of hydrothermally synthesized NaP zeolite

Bakhronov Khayot
doctor of Chemical Sciences, Professor
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent

Библиографическое описание: Структурно-фазовые характеристики гидротермально синтезированного цеолита NaP // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Бахронов Х.Н. [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23491

Mamatdaliev Utkurbek
Independent researcher
Namangan State Technical University
Uzbekistan, Namangan
Sultonov Amirkhon
Basic Doctoral Candidate of the Namangan State Technical University
Uzbekistan, Namangan
Kholmedov Khamid
candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor
Head of Physics Department of Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent
Ganiev Abror
candidate of Physical and Mathematical Sciences Associate Professor
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent
Akhmedova Nodira
candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor of Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad Al-Khwarizmi
Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

В работе представлены результаты рентгенофазового анализа (РФА) цеолита NaP (структурный тип GIS), синтезированного гидротермальным методом из силиката натрия, алюмината натрия и гидроксида натрия. Дифрактограмма образца регистрировалась методом порошковой рентгеновской дифрактометрии в режиме непрерывного сканирования θ-2θ в диапазоне углов 2θ=5 – 70° с использованием CuKα-излучения. Три наиболее интенсивных рефлекса наблюдались при 2θ=9.14°, 13.58° и 15.52° (d=9.668, 6.515 и 5.704 Å), что наряду с другими идентифицированными межплоскостными расстояниями хорошо согласуется с эталонными данными для цеолита NaP. Интенсивные рефлексы при относительно низком уровне фона подтверждают кристаллическую, а не аморфную природу образца, тогда как соответствующие значения FWHM 1.8 – 3.3° указывают на наноразмерный характер областей когерентного рассеяния, средний размер которых, оценённый по уравнению Шеррера, составил около 4.4 нм (диапазон 2.5-6.3 нм). Слабый рефлекс при 2θ ≈ 26.6° может быть связан с незначительной примесью кварца. Отсутствие характеристических рефлексов, относящихся к фазам NaA и NaX, указывает на удовлетворительную фазовую чистоту синтезированного цеолита NaP, что подтверждает его перспективность в качестве адсорбента и ионообменного материала для очистки промышленных и коммунальных сточных вод.

Abstract

This study presents X-ray diffraction (XRD) results for NaP zeolite (GIS framework type), synthesized hydrothermally from sodium silicate, sodium aluminate, and sodium hydroxide. The diffraction pattern was recorded by powder XRD in continuous θ-2θ scanning mode over 2θ=5-70° using CuKα radiation. The three most intense reflections were observed at 2θ=9.14°, 13.58°, and 15.52° (d=9.668, 6.515, and 5.704 Å), consistent with reference data for NaP zeolite. Intense reflections against a low background confirm the crystalline, rather than amorphous, nature of the sample, while the corresponding FWHM values of 1.8-3.3° indicate nanoscale coherent scattering

domains, with an average size of about 4.4 nm (range 2.5-6.3 nm) estimated by the Scherrer equation. A weak reflection at 2θ≈26.6° may be associated with a minor quartz impurity. The absence of reflections attributable to the NaA and NaX phases indicates satisfactory phase purity of the synthesized NaP zeolite, supporting its promise as an adsorbent and ion-exchange material for treating industrial and municipal wastewater.

Ключевые слова: цеолит NaP, структура GIS, рентгенофазовый анализ, РФА, гидротермальный синтез, кристалличность, уравнение Шеррера, размер кристаллитов, межплоскостное расстояние, фазовая чистота.

Keywords: NaP zeolite, GIS structure, X-ray diffraction, XRD, hydrothermal synthesis, crystallinity, Scherrer equation, crystallite size, interplanar spacing, phase purity.

Введение

Цеолиты представляют собой кристаллические алюмосиликаты с упорядоченной микропористой структурой, образованной сочленёнными тетраэдрами [SiO_4] и [AlO_4]. Благодаря высокой селективности, термической и химической стабильности, а также способности к катионному обмену, цеолиты широко применяются в адсорбционных, ионообменных и каталитических процессах, а также в технологиях очистки газов и вод [1, с. 71; 12, с. 1948; 13, с. 2610]. Среди структурных типов цеолитов особый интерес представляет цеолит NaP, относящийся к семейству GIS (гисмондин), каркас которого образован системой узких каналов, обеспечивающих молекулярно-ситовую селективность по отношению к малым молекулам, включая воду и диоксид углерода [4, с. 5268; 9, с. 7].

Цеолит NaP, синтезированный, в частности, из летучей золы и других алюмосиликатных отходов, находит применение в процессах извлечения тяжёлых металлов (Pb, Cu, Zn) и ионов аммония из водных сред методом адсорбции и ионного обмена, что делает его перспективным недорогим адсорбентом для очистки промышленных и коммунальных сточных вод [10, с. 5; 2, с. 60; 3, с. 142; 5, с. 9; 6, с. 4; 7, с. 7].

Синтез цеолита NaP обычно осуществляется гидротермальным методом с использованием силиката натрия, алюмината натрия и гидроксида натрия. В ходе гидротермальной обработки аморфный алюмосиликатный гель постепенно кристаллизуется с образованием целевой фазы; фазовый состав и степень кристалличности продукта во многом определяются условиями синтеза, что обусловливает необходимость надёжной идентификации фазы [9, с. 5; 11, с. 19; 14, с. 6]. Значительное влияние на структурные характеристики NaP оказывает также выбор сырья – в литературе описаны альтернативные маршруты синтеза с использованием летучей золы и других техногенных отходов в качестве более доступных источников кремния и алюминия [14, с. 10].

Рентгенофазовый анализ (РФА) является основным методом идентификации кристаллической структуры, фазового состава и степени кристалличности синтетических цеолитов, а уравнение Шеррера позволяет дополнительно оценить средний размер кристаллитов по уширению дифракционных рефлексов [8, с.158; 9, с. 7]. Целью настоящей работы является анализ дифрактограммы гидротермально синтезированного цеолита NaP,

идентификация его фазового состава, оценка степени кристалличности и среднего размера кристаллитов, а также обсуждение возможного присутствия сопутствующих кристаллических фаз.

Материалы и методы

Образец цеолита NaP (структурный тип GIS) получали гидротермальным методом. Для приготовления исходного геля 12,21 г безводного силиката натрия (Na_2SiO_3), 1,64 г безводного алюмината натрия ($NaAlO_2$) и 2,40 г гидроксида натрия (NaOH) растворяли в общей сложности в 151,3 г дистиллированной воды. Растворы смешивали до образования однородного алюмосиликатного геля. Молярный состав исходной смеси в пересчёте на оксиды составлял Al_2O_3:SiO_2:Na_2O:H_2O=1:10:14:840. Гель помещали в автоклав с тефлоновым вкладышем и выдерживали при 100 °C в течение 24 ч. После охлаждения твёрдый продукт отделяли фильтрованием, многократно промывали дистиллированной водой и высушивали.

Рентгенофазовый анализ синтезированного образца проводили методом порошковой дифрактометрии на CuKα-излучении (напряжение на трубке 40 кВ, ток 30 мА). Съёмку дифрактограммы осуществляли в режиме непрерывного сканирования Theta-2Theta в диапазоне углов 2θ от 5.0° до 70.0° со скоростью сканирования 2.0 °/мин и шагом 0.05°. Обработка данных включала сглаживание профиля, вычитание фона, разделение $Kα_1$-$Kα_2$ составляющих и автоматический поиск пиков с коррекцией систематической ошибки прибора.

Средний размер кристаллитов оценивали по уширению основных рефлексов с использованием уравнения Шеррера:

$D=k\cdot\lambda/(\beta\cdot\cos\theta)$,

где D-средний размер кристаллита (нм); k=0.9; λ-длина волны CuKα-излучения (0.15406 нм); β-физическое уширение рефлекса на полувысоте (FWHM, в радианах); θ-угол дифракции (половина величины 2θ).

Результаты и обсуждение

Фазовый состав и положение дифракционных максимумов. На дифрактограмме синтезированного образца (Рисунок 1) зафиксирован набор дифракционных максимумов (Таблица 1). Три наиболее интенсивных рефлекса (Таблица 2) наблюдаются при 2θ=9.14°, 13.58° и 15.52°, что соответствует межплоскостным расстояниям d=9.668, 6.515 и 5.704 Å.

Полученный набор межплоскостных расстояний (9.668; 6.515; 5.704; 4.511; 4.306; 3.674; 3.077 Å и др.) характерен для цеолита NaP структурного типа GIS и хорошо согласуется с литературными данными для данной фазы [9, с. 7; 11, с. 18]. Рефлексы при 2θ=9.14°, 13.58° и 15.52° образуют характерную для NaP «дифракционную сигнатуру», позволяющую уверенно идентифицировать основную кристаллическую фазу образца. Узкая полуширина основных рефлексов (FWHM 1.8 – 3.3°) в сочетании с высокой интенсивностью и низким уровнем фона свидетельствует о достаточно высокой степени кристалличности материала.

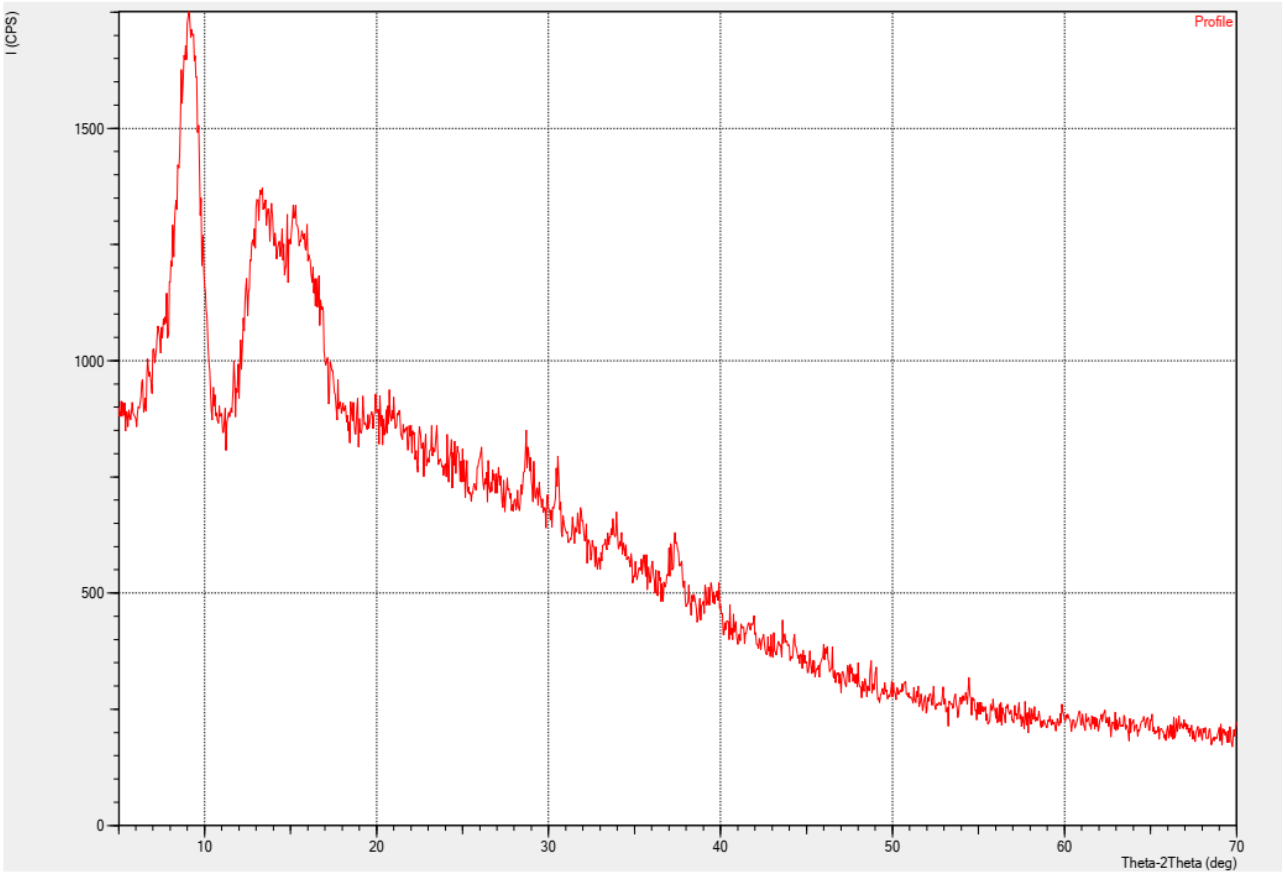


Рисунок 1. Дифрактограмма синтезированного образца цеолита NaP (Theta-2Theta, CuKα)

Таблица 1.

Полный перечень дифракционных максимумов образца цеолита NaP

№	2θ, °	d, Å	I/I_1, %	FWHM, °	I, имп/с
1	6.9367	12.73283	11	0.71660	87
2	9.1399	9.66789	100	1.80800	809
3	13.5797	6.51537	64	2.43680	518
4	15.5235	5.70364	60	3.25000	485
5	19.6638	4.51106	16	-	127
6	20.6111	4.30582	18	-	149
7	24.2026	3.67438	13	-	107
8	26.5982	3.34863	12	-	100
9	28.9947	3.07707	16	-	131
10	30.7923	2.90141	10	-	80
11	31.7912	2.81249	7	-	58
12	34.0721	2.62925	11	1.86670	85
13	37.3409	2.40625	11	1.53000	86
14	39.5217	2.27835	6	1.35000	47

Таблица 2.

Три наиболее интенсивных дифракционных максимума

№	2θ, °	d, Å	I/I_1, %
1	9.14	9.668	100
2	13.58	6.515	64
3	15.52	5.704	60

Оценка размера кристаллитов (уравнение Шеррера). Для количественной оценки среднего размера кристаллитов был применён метод Шеррера (Таблица 3). Полученные значения варьируются в пределах 2.5–6.3 нм: наибольшее (≈6.3 нм) – для рефлекса при 2θ=39.52°, наименьшее (≈2.5 нм) – для рефлекса при 2θ=15.52°. Среднее значение по всем рефлексам составляет приблизительно 4.4 нм, что типично для нанокристаллических цеолитов, полученных гидротермальным методом [8, с. 157]. Это свидетельствует о формировании мелкодисперсной кристаллической структуры с развитой поверхностью раздела фаз, потенциально благоприятной для адсорбционных и ионообменных характеристик материала.

Таблица 3.

Оценка среднего размера кристаллитов методом Шеррера

№	2θ, °	FWHM, °	D, нм
1	9.14	1.808	4.41
2	13.58	2.437	3.28
3	15.52	3.250	2.47
4	34.07	1.867	4.45
5	37.34	1.530	5.48
6	39.52	1.350	6.25

Анализ примесных и сопутствующих фаз. На дифрактограмме отмечен слабый рефлекс в области 2θ≈26.6° (I/I_1=12 %, d=3.349 Å), который может быть отнесён к рефлексу (101) кварца – распространённой примесной фазе при гидротермальном синтезе из силикатных прекурсоров. Однако структура GIS также характеризуется собственными рефлексами в этой области, поэтому однозначное отнесение требует дополнительных методов (ИК-спектроскопии или элементного анализа). Выраженных рефлексов, характерных для сопутствующих фаз цеолитов типа A (NaA) или X (NaX), на дифрактограмме не обнаружено, что указывает на удовлетворительную фазовую чистоту продукта и эффективность выбранных условий синтеза.

Сопоставление с литературными данными. Совокупность полученных структурных характеристик-положение и относительная интенсивность основных рефлексов, узкая полуширина линий, а также оценённый нанометровый размер кристаллитов - в целом согласуется с данными, представленными в работах, посвящённых синтезу и структурной характеристике цеолита NaP из различных видов сырья, включая природные алюмосиликаты

и летучую золу [14, с. 11]. Это подтверждает воспроизводимость выбранного гидротермального маршрута синтеза и его пригодность для направленного получения фазово-чистого нанокристаллического цеолита NaP.

Заключение

Методом рентгенофазового анализа установлено, что гидротермально синтезированный образец представляет собой преимущественно однофазный, хорошо закристаллизованный цеолит NaP структурного типа GIS. Основные дифракционные максимумы (2θ=9.14°, 13.58°, 15.52°) и соответствующие им межплоскостные расстояния согласуются с эталонными данными для данной фазы; узкая форма и высокая интенсивность рефлексов подтверждают высокую степень кристалличности материала. Оценка среднего размера кристаллитов методом Шеррера показала нанокристаллическую структуру со средним размером около 4.4 нм (диапазон 2.5–6.3 нм).

Обнаружен слабый рефлекс, предположительно связанный с примесью кварца, что требует уточнения дополнительными методами; выраженных рефлексов фаз A и X не обнаружено, что свидетельствует об удовлетворительной фазовой чистоте продукта. Полученные результаты подтверждают эффективность применённого гидротермального метода синтеза для получения фазово-чистого нанокристаллического цеолита NaP и создают основу для дальнейших исследований его адсорбционных и ионообменных свойств.

Список литературы

1. Иванова И., Пономарева О., Андрияко Е., Нестеренко Н. Инновации в области цеолитного катализа // Энергетическая политика. – 2021. – № 6. – С. 68–79.
2. Bux N., Tumrani S.H., Soomro R.A., Ji X. Synthesis of zeolites from coal fly ash and their environmental application // International Journal of Economic and Environment Geology. – 2022. – Т. 13, № 2. – P. 58–61.
3. Buzukashvili S., Sommerville R., Rowson N.A., Waters K.E. An overview of zeolites synthesised from coal fly ash and their potential for extracting heavy metals from industrial wastewater // Canadian Metallurgical Quarterly. – 2023. – P. 130–152. – DOI: 10.1080/00084433.2022.2160576.
4. Dusselier M., Davis M.E. Small-pore zeolites: synthesis and catalysis // Chemical Reviews. – 2018. – Т. 118, № 11. – P. 5265–5329. – DOI: 10.1021/acs.chemrev.7b00738.
5. Gao Y., Zhang J. Chitosan modified zeolite molecular sieve particles as a filter for ammonium nitrogen removal from water // International Journal of Molecular Sciences. – 2020. – Т. 21. – P. 1–15.
6. Guida S., Potter C., Jefferson B., Soares A. Preparation and evaluation of zeolites for ammonium removal from municipal wastewater through ion exchange process // Scientific Reports. – 2020. – Т. 10. – P. 1–11. – DOI: 10.1038/s41598-020-69348-6.
7. Jain P., Shrivastava P., Malviya V., Jain S., Dwivedi M.K. Adsorptive removal of Pb(II) from aqueous solution using NaP zeolite synthesized from coal fly ash // Water, Air, & Soil Pollution. – 2021. – Т. 232, № 5. – DOI: 10.1007/s11270-021-05129-9.

8. Monshi A., Foroughi M.R., Monshi M.R. Modified Scherrer equation to estimate more accurately nano-crystallite size using XRD // World Journal of Nano Science and Engineering. – 2012. – T. 2, № 3. – P. 154–160.
9. Novembre D., Gimeno D., Del Vecchio A. Synthesis and characterization of Na-P1 (GIS) zeolite using a kaolinitic rock // Scientific Reports. – 2021. – T. 11. – P. 1–11. – DOI: 10.1038/s41598-021-84383-7.
10. Sánchez-Hernández R., Padilla I., López-Andrés S., López-Delgado A. Al-waste-based zeolite adsorbent used for the removal of ammonium from aqueous solutions // International Journal of Chemical Engineering. – 2018. – P. 1–11. – DOI: 10.1155/2018/1256197.
11. Sharma P., Song J.-S., Han M.H., Cho C.-H. GIS-NaP1 zeolite microspheres as potential water adsorption material: influence of initial silica concentration on adsorptive and physical/topological properties // Scientific Reports. – 2016. – T. 6. – P. 1–26.
12. Su X., Zan W., Bai X., Wang G., Wu W. Synthesis of microscale and nanoscale ZSM-5 zeolites: effect of particle size and acidity of Zn modified ZSM-5 zeolites on aromatization performance // Catalysis Science & Technology. – 1952. – T. 7. – P. 1943–1952.
13. Zeng C., Hu Q. Zeolite catalysts in industrial processes // Chinese Journal of Chemical Engineering. – 2019. – T. 27. – P. 2606–2614.
14. Zhou Q., Jiang X., Qiu Q., Zhao Y., Long L. Synthesis of high-quality NaP1 zeolite from municipal solid waste incineration fly ash by microwave-assisted hydrothermal method and its adsorption capacity // Science of the Total Environment. – 2023. – T. 855. – P. 1–15.

References

1. Ivanova I., Ponomareva O., Andriyako E., Nesterenko N. [Innovations in Zeolite Catalysis] // Energeticheskaya politika. – 2021. – No. 6. – P. 68–79. (In Russ.)
2. Bux N., Tumrani S.H., Soomro R.A., Ji X. Synthesis of zeolites from coal fly ash and their environmental application // International Journal of Economic and Environment Geology. – 2022. – Vol. 13, No. 2. – P. 58–61.
3. Buzukashvili S., Sommerville R., Rowson N.A., Waters K.E. An overview of zeolites synthesised from coal fly ash and their potential for extracting heavy metals from industrial wastewater // Canadian Metallurgical Quarterly. – 2023. – P. 130–152. – DOI: 10.1080/00084433.2022.2160576.
4. Dusselier M., Davis M.E. Small-pore zeolites: synthesis and catalysis // Chemical Reviews. – 2018. – Vol. 118, No. 11. – P. 5265–5329. – DOI: 10.1021/acs.chemrev.7b00738.
5. Gao Y., Zhang J. Chitosan modified zeolite molecular sieve particles as a filter for ammonium nitrogen removal from water // International Journal of Molecular Sciences. – 2020. – Vol. 21.
6. Guida S., Potter C., Jefferson B., Soares A. Preparation and evaluation of zeolites for ammonium removal from municipal wastewater through ion exchange process // Scientific Reports. – 2020. – Vol. 10. – DOI: 10.1038/s41598-020-69348-6.

7. Jain P., Shrivastava P., Malviya V., Jain S., Dwivedi M.K. Adsorptive removal of Pb (II) from aqueous solution using NaP zeolite synthesized from coal fly ash // Water, Air, & Soil Pollution. – 2021. – Vol. 232, No. 5. – DOI: 10.1007/s11270-021-05129-9.
8. Monshi A., Foroughi M.R., Monshi M.R. Modified Scherrer equation to estimate more accurately nano-crystallite size using XRD // World Journal of Nano Science and Engineering. – 2012. – Vol. 2, No. 3. – P. 154–160.
9. Novembre D., Gimeno D., Del Vecchio A. Synthesis and characterization of Na-P1 (GIS) zeolite using a kaolinitic rock // Scientific Reports. – 2021. – Vol. 11. – DOI: 10.1038/s41598-021-84383-7.
10. Санчес-Эрнандес Р., Падилья И., Лопес-Андрес С., Лопес-Делгадо А. [Sánchez-Hernández R., Padilla I., López-Andrés S., López-Delgado A. Al-waste-based zeolite adsorbent used for the removal of ammonium from aqueous solutions] // International Journal of Chemical Engineering. – 2018. – DOI: 10.1155/2018/1256197. (In Russ.)
11. Sharma P., Song J.-S., Han M.H., Cho C.-H. GIS-NaP1 zeolite microspheres as potential water adsorption material: influence of initial silica concentration on adsorptive and physical/topological properties // Scientific Reports. – 2016. – Vol. 6.
12. Su X., Zan W., Bai X., Wang G., Wu W. Synthesis of microscale and nanoscale ZSM-5 zeolites: effect of particle size and acidity of Zn modified ZSM-5 zeolites on aromatization performance // Catalysis Science & Technology. – 1952. – Vol. 7. – P. 1943–1952.
13. Zeng C., Hu Q. Zeolite catalysts in industrial processes // Chinese Journal of Chemical Engineering. – 2019. – Vol. 27. – P. 2606–2614.
14. Zhou Q., Jiang X., Qiu Q., Zhao Y., Long L. Synthesis of high-quality NaP1 zeolite from municipal solid waste incineration fly ash by microwave-assisted hydrothermal method and its adsorption capacity // Science of the Total Environment. – 2023. – Vol. 855.

БИООРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Статья поступила в редакцию: 13.08.2026
Статья принята к публикации: 12.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 547.466:581.14

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23409

Синтез амидных производных индол-3-уксусной кислоты с аминокислотами и исследование их биологической активности на проростках ячменя (*Hordeum vulgare L.*)

Суярова Дилдора Амануллаевна
PhD, докторант
Гулистанский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Гулистан
E-mail: suyarovadildora90@gmail.com
Эрбутаев Дониер Шавкат угли
магистрант
Гулистанский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Гулистан
E-mail: thedoniyor01@gmail.com
Джураев Тулкин Арзикулович
доц.
Гулистанский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Гулистан
E-mail: t_jurayev@mail.ru
Усмонов Фозил
магистрант
Гулистанский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Гулистан
E-mail: fozilusmonov01@gmail.com

Synthesis of amide derivatives of indole-3-acetic acid with amino acids and investigation of their biological activity on barley seedlings (*Hordeum vulgare L.*)

Suyarova Dildora Amanullayevna
PhD Doctoral Student
Gulistan State University
Republic of Uzbekistan, Gulistan
Doniyor Shavkat ugli Erbutayev
Master's Student, Gulistan State University
Republic of Uzbekistan, Gulistan

Библиографическое описание: Синтез амидных производных индол-3-уксусной кислоты с аминокислотами и исследование их биологической активности на проростках ячменя (Hordeum vulgare L.) // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Суярова Д.А. [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23409

Djuraev Tulkin Arzikulovich
Associate Professor
Gulistan State University
Republic of Uzbekistan, Gulistan
Usmonov Fozil
Master's Student, Gulistan State University
Republic of Uzbekistan, Gulistan

Аннотация

В настоящей работе представлены результаты синтеза амидных производных индол-3-уксусной кислоты (ИУК) с L-аланином, L-валином, L-лейцином, L-метионином, L-пролином, L-лизином и L-аргинином методом карбодиимидной конденсации с использованием системы DCC/HOBt. Синтез проводили в мягких условиях с последующей очисткой целевых соединений; их строение и индивидуальность подтверждали методами ИК-спектроскопии, тонкослойной хроматографии и физико-химического анализа. На данном этапе биологическую активность изучали для амидного производного ИУК с аргинином (ИУК–Арг) на проростках ячменя (*Hordeum vulgare L.*) по показателям энергии прорастания, лабораторной всхожести, длины корневой системы и надземной части, а также сырой и сухой биомассы. Установлено, что ИУК–Арг оказывало выраженное рострегулирующее действие по сравнению с контрольным вариантом и свободной ИУК. Наиболее выраженный эффект наблюдался при концентрациях 10^{-5} и 10^{-6} М. На восьмые сутки длина корневой системы при обработке ИУК–Арг в указанных концентрациях составила соответственно 12,17 и 12,50 см, тогда как в контрольном варианте данный показатель составлял 8,73 см, что соответствует увеличению в 1,39 и 1,43 раза. Полученные результаты свидетельствуют о выраженной ростстимулирующей активности ИУК–Арг и перспективности его дальнейшего изучения в качестве потенциального регулятора роста растений.

Abstract

This study presents the synthesis of amide derivatives of indole-3-acetic acid (IAA) with L-alanine, L-valine, L-leucine, L-methionine, L-proline, L-lysine, and L-arginine using carbodiimide-mediated coupling with the DCC/HOBt system. The target compounds were synthesized under mild conditions and purified prior to characterization. Their structures and individuality were characterized by Fourier-transform infrared (FTIR) spectroscopy, thin-layer chromatography (TLC), and physicochemical analysis. At this stage, the biological activity of the arginine amide derivative of IAA (IAA–Arg) was evaluated on barley seedlings (*Hordeum vulgare L.*) using germination energy, laboratory germination, root and shoot length, and fresh and dry biomass as indicators. IAA–Arg showed a pronounced growth-regulating effect compared with the untreated control and free IAA. The most pronounced effect was observed at concentrations of 10^{-5} and 10^{-6} M. On the eighth day, root length reached 12.17 and 12.50 cm, respectively, compared with 8.73 cm in the control, corresponding to 1.39- and 1.43-fold increases. These results demonstrate the pronounced growth-stimulating activity of IAA–Arg and support its further investigation as a potential plant growth regulator.

Ключевые слова: индол-3-уксусная кислота, аминокислоты, амидные производные, DCC/HOBt, органический синтез, регуляторы роста растений, биологическая активность, ячмень, Hordeum vulgare L, ИК-спектроскопия, тонкослойная хроматография.

Keywords: indole-3-acetic acid, amino acids, amide derivatives, DCC/HOBt, organic synthesis, plant growth regulators, biological activity, barley, *Hordeum vulgare* L, FTIR spectroscopy, thin-layer chromatography.

Введение

В последние годы разработка новых биологически активных соединений, сочетающих высокую физиологическую эффективность и экологическую безопасность, является одним из приоритетных направлений биоорганической химии и агробиотехнологии [3, 8]. В условиях изменения климата, засоления и засухи возрастает потребность в эффективных регуляторах роста растений, способных повышать продуктивность сельскохозяйственных культур и их устойчивость к абиотическим стрессам [4, 1]. Одним из важнейших природных фитогормонов является индол-3-уксусная кислота (ИУК) — основной представитель ауксинов, регулирующий деление и растяжение клеток, формирование корневой системы, развитие побегов и другие процессы роста растений [6]. Однако свободная ИУК характеризуется низкой стабильностью вследствие ферментативного окисления, фотодеструкции и микробиологического разложения, что ограничивает её практическое применение. Поэтому актуальной задачей является получение более стабильных производных ИУК с пролонгированным физиологическим действием [9, 16]. Перспективным направлением считается синтез аминокислотных конъюгатов ИУК. В растениях такие соединения участвуют в транспорте, депонировании и контролируемом высвобождении ауксина, поддерживая гормональный баланс [10, 14]. Кроме того, конъюгаты с природными α-аминокислотами представляют интерес как потенциальные регуляторы роста и антистрессовые препараты благодаря их биосовместимости и участию в метаболических процессах растений [11].

Для получения амидных производных ИУК эффективным является метод карбодиимидной конденсации с использованием системы DCC/HOBt, обеспечивающий селективное образование амидной связи в мягких условиях и позволяющий проводить синтез без предварительной защиты функциональных групп аминокислот [13, 7]. Несмотря на значительный интерес к химической модификации ИУК, биологическая активность большинства её аминокислотных амидов изучена недостаточно, особенно их влияние на ранние этапы развития сельскохозяйственных культур [12]. В связи с этим целью настоящей работы являлся синтез новых аминокислотных конъюгатов индол-3-уксусной кислоты методом DCC/HOBt и сравнительная оценка их рострегулирующей активности на проростках ячменя (Hordeum vulgare L.) по морфометрическим и физиологическим показателям [2].

Материалы и методы исследования

В качестве исходных реагентов для синтеза амидных производных индол-3-уксусной кислоты (ИУК) использовались индол-3-уксусная кислота, N,N′-дициклогексилкарбодиимид (DCC), 1-гидроксибензотриазол (HOBt), а также L-аминокислоты: L-аланин, L-валин, L-лейцин, L-метионин, L-пролин, L-лизин и L-аргинин. Все реагенты применялись без дополнительной очистки (аналитическая степень чистоты).В качестве растворителей использовались тетрагидрофуран (ТГФ), хлороформ, метанол и дистиллированная вода. Для регулирования pH применяли 1 М раствор гидроксида натрия.

ИК-спектры синтезированных соединений регистрировали на спектрофотометре IRAffinity-1S (Shimadzu, Япония) в диапазоне 4000–500 $см^{-1}$.Тонкослойную хроматографию (ТСХ) проводили на пластинах Silica gel F254 (Merck). В качестве элюентов использовались системы хлороформ:метанол в соотношениях 8:1 и 12:1. Визуализацию пятен осуществляли под УФ-лампой (254/366 нм), а также с использованием нингидринового реактива.Температуры плавления определяли на приборе BÜCHI Melting Point M-560 и использовали как критерий чистоты соединений.

Синтез амидных производных индол-3-уксусной кислоты проводили методом карбодиимидной конденсации с использованием системы DCC/HOBt.В типичном эксперименте 3,0 ммоль индол-3-уксусной кислоты растворяли в 15–20 мл тетрагидрофурана (ТГФ) при перемешивании. К полученному раствору при охлаждении (0–5 °C) добавляли 3,0 ммоль DCC и реакционную смесь перемешивали в течение 10–15 минут для активации карбоксильной группы. Затем добавляли 3,0 ммоль HOBt и продолжали перемешивание в течение 30 минут при тех же условиях. Отдельно готовили раствор соответствующей L-аминокислоты (3,0 ммоль) в 3–5 мл воды с добавлением 1–2 капель 1 М NaOH для частичной нейтрализации.

Полученный раствор аминокислоты по каплям добавляли к активированной смеси ИУК при комнатной температуре. Реакционную смесь перемешивали 1–2 часа. Образовавшийся побочный продукт N,N′-дициклогексилмочевина (DCU) удаляли фильтрацией. Фильтрат упаривали под пониженным давлением. Остаток экстрагировали хлороформом, органический слой сушили безводным Na_2SO_4 и упаривали. Очистку целевых соединений проводили перекристаллизацией из системы хлороформ: метанол.

В качестве объекта исследования использовали семена ячменя сорта «Ўзбекистон-30». Для изучения рострегулирующей активности использовали индол-3-уксусную кислоту (ИУК) и её амидное производное с аргинином (ИУК–Арг). Для проведения биологического эксперимента использовали растворы ИУК и ИУК–Арг в концентрациях 10^{-4}, 10^{-5}, 10^{-6} и 10^{-7} М. В качестве контрольного варианта использовали дистиллированную воду (dH_2O).

Перед началом эксперимента семена ячменя промывали водой. Для каждого экспериментального варианта использовали три чашки Петри, в каждую из которых помещали по 30 семян. Таким образом, общее количество семян для каждого варианта составляло 90 штук. В каждую чашку Петри помещали фильтровальную бумагу, которую увлажняли соответствующим раствором ИУК, ИУК–Арг или дистиллированной водой в контрольном варианте. Семена равномерно размещали на увлажнённой фильтровальной бумаге. Все варианты опыта культивировали в одинаковых условиях при постоянной

температуре +27 °C. Проращивание семян проводили в условиях естественного освещения при обычных лабораторных условиях, без искусственного регулирования фотопериода. Наблюдения проводили на 2-е, 3-и, 4-е и 8-е сутки после начала эксперимента.

Биологическую активность исследуемых соединений оценивали по основным показателям роста и развития проростков ячменя. На 2-е, 3-и, 4-е и 8-е сутки культивирования определяли длину корневой системы и надземной части проростков. Результаты измерений выражали в сантиметрах. Дополнительно определяли энергию прорастания и лабораторную всхожесть семян, а также показатели накопления сырой и сухой биомассы проростков. Полученные показатели сравнивали с контрольным вариантом (dH_2O) и соответствующими вариантами, обработанными ИУК и ИУК–Арг.

Статистическую обработку экспериментальных данных проводили с использованием методов дисперсионного анализа. Для каждого срока наблюдения (2-е, 3-и, 4-е и 8-е сутки) различия между девятью экспериментальными группами оценивали методом однофакторного дисперсионного анализа (one-way ANOVA). Результаты представлены в виде среднего значения (M) ± стандартной ошибки среднего (SE). Для определения статистически значимых различий между отдельными вариантами и контрольной группой после проведения ANOVA использовали апостериорный критерий Тьюки (Tukey HSD). Различия считали статистически значимыми при $p < 0,05$, высоко значимыми — при $p < 0,01$. Количество биологических повторностей составляло $n = 3$; для варианта ИУК+Арг–4М на 2-е сутки фактическое число повторностей составило $n = 2$ в связи с отсутствием третьего измерения в исходных данных.

Результаты и обсуждение

В рамках настоящего исследования были синтезированы семь амидных производных индол-3-уксусной кислоты с различными аминокислотами. На данном этапе биологические исследования были проведены для одного из полученных соединений — амидного производного ИУК с аргинином (ИУК–Арг), которое изучали в диапазоне концентраций 10^{-4}–10^{-7} М. Остальные синтезированные производные будут исследованы на следующих этапах работы. В результате проведения карбодиимидной конденсации индол-3-уксусной кислоты с L-аминокислотами в присутствии системы DCC/HOBt были успешно получены соответствующие амидные производные (ИУК–Ала, ИУК–Вал, ИУК–Лей: Rf = 0,71;ИУК–Мет, ИУК–Про, ИУК–Лиз, ИУК–Арг). Реакции протекали в мягких условиях (0–25 °C) и завершались в течение 1–2 часов. Выход целевых соединений составлял 68–75 %, что свидетельствует о высокой эффективности предложенного метода.



Рисунок 1. ИК-спектр амидного производного индол-3-уксусной кислоты с аргинином (ИУК–Арг)

ИК-спектроскопический анализ подтвердил образование амидной связи во всех синтезированных соединениях. Во всех спектрах наблюдались характерные полосы:1650–1665 $см^{-1}$ — валентные колебания C=O амидной группы (амид I);1530–1550 $см^{-1}$ — деформационные колебания N–H (амид II);3300–3350 $см^{-1}$ — широкая полоса валентных колебаний N–H; 2920–2960 $см^{-1}$ — алифатические C–H связи. Отсутствие характерной полосы карбоксильной группы исходной ИУК (~1710–1725 $см^{-1}$) подтверждает полную конверсию исходного субстрата и образование амидов.

Чистота и индивидуальность полученных соединений были подтверждены методом тонкослойная хроматография(ТСХ). Значения Rf зависели от природы аминокислотного фрагмента: ИУК–Ала: Rf = 0,62;ИУК–Вал: Rf = 0,68; ИУК–Лей: Rf = 0,71;ИУК–Мет: Rf = 0,58; ИУК–Про: Rf = 0,65;ИУК–Лиз: Rf = 0,42;ИУК–Арг: Rf = 0,35..Более низкие значения Rf для лизина и аргинина обусловлены их высокой полярностью и наличием дополнительных аминогрупп, усиливающих взаимодействие с силикагелем. Полученные амидные производные характеризовались различными температурами плавления (168–185 °C), что подтверждает их индивидуальность.

В настоящем исследовании биологическая активность была изучена для амидного производного индол-3-уксусной кислоты с аргинином (ИУК–Арг) в различных концентрациях. Полученные результаты показали, что ИУК–Арг оказывало выраженное влияние на рост корневой системы проростков ячменя по сравнению с контрольным вариантом. Наблюдаемый эффект зависел от концентрации исследуемого соединения и продолжительности культивирования. Выраженное ростостимулирующее действие ИУК–Арг может быть обусловлено сочетанием физиологической активности индол-3-уксусной кислоты и биологической роли аргинина. Аргинин участвует в азотном обмене растений и может быть связан с процессами, регулирующими клеточное деление, растяжение клеток и развитие корневой системы. Кроме того, аргинин является метаболическим предшественником ряда физиологически активных соединений, включая полиамины и оксид

азота, которые участвуют в регуляции роста и развития растений. Таким образом, полученные в настоящей работе результаты свидетельствуют о перспективности ИУК–Арг как потенциального росторегулирующего соединения. При этом следует отметить, что в рамках данного исследования биологическая активность остальных синтезированных амидных производных ИУК с аминокислотами не изучалась. Поэтому сравнительная оценка эффективности ИУК–Арг с ИУК–Ала, ИУК–Вал, ИУК–Лей, ИУК–Мет, ИУК–Про и ИУК–Лиз в настоящей работе не проводилась. Полученные результаты относятся непосредственно к исследованному производному ИУК–Арг и его изученным концентрациям. Результаты статистического анализа показали, что влияние исследуемых препаратов на длину корневой системы проростков ячменя зависело от продолжительности культивирования. На 2-е сутки различия между экспериментальными вариантами не достигали статистической значимости ($F(8,17) = 1,982$; $p = 0,1123$). На 3-и сутки также не было выявлено общего статистически значимого различия между группами ($F(8,18) = 2,307$; $p = 0,0671$), хотя при последующем сравнении по критерию Тьюки вариант ИУК+ Арг –10 – 6 М отличался от контроля ($p = 0,0212$).На 4-е сутки общий эффект исследуемых вариантов также не достигал статистической значимости ($F(8,18) = 2,146$; $p = 0,0852$). Несмотря на увеличение средней длины корней в отдельных вариантах, различия относительно контрольной группы после поправки на множественные сравнения не были статистически значимыми ($p > 0,05$).Наиболее выраженный эффект наблюдался на 8-е сутки культивирования. Однофакторный дисперсионный анализ выявил высоко значимые различия между экспериментальными группами ($F(8,18) = 17,034$; $p < 0,001$). Согласно критерию Тьюки, статистически значимое увеличение длины корней по сравнению с контролем отмечено для вариантов ИУК+ Арг –10-4М ($p = 0,0075$), ИУК+ Арг –10-5М ($p < 0,001$), ИУК+ Арг –10-6М ($p < 0,001$) и ИУК+ Арг –10-7М ($p = 0,0004$). Наибольшая средняя длина корневой системы отмечена при использовании ИУК+ Арг –10-6М и составила 12,50 ± 0,29 см, тогда как в контрольном варианте данный показатель составлял 8,73 ± 0,15 см. Таким образом, статистический анализ подтверждает выраженное стимулирующее действие амидного производного ИУК с аргинином, особенно на поздних этапах развития проростков. Наиболее выраженный эффект был зарегистрирован на 8-е сутки культивирования, при этом максимальное значение длины корневой системы наблюдалось в варианте ИУК+ Арг –10-6М.

Таблица 1.

Показатели длины корней (см) (M±m)

Варианты опыта	Концен-трация (моляр)	2 день	3 день	4 день	8 день
Контроль (dH2O)		0,83±0,03	1,87±0,19	3,33±0,17	8,73±0,15
ИУК	4М	0,90±0,06	2,03±0,03	3,93±0,22	9,57±0,07
ИУК	5М	0,93±0,07	2,10±0,06	3,53±0,32	9,50±0,29
ИУК	6М	1,07±0,09	2,17±0,09	3,5±0,29	10,00±0,29
ИУК	7М	1,00±0,10	2,07±0,03	3,87±0,19	10,00±0,29
ИУК -Арг	4М	1,00±0,08	2,07±0,03	3,83±0,17	10,67±0,60**
ИУК -Арг	5М	1,13±0,03	2,10±0,06	4,33±0,17	12,17±0,33**

Варианты опыта	Концен-трация (моляр)	2 день	3 день	4 день	8 день
ИУК -Арг	6М	1,10±0,06	2,33±0,09*	4,33±0,17	12,5±0,29**
ИУК -Арг	7М	1,07±0,09	2,20±0,06	4,36±0,25	11,30±0,15**

*Примечание: * — различия статистически значимы по сравнению с контролем (p<0,05); ** — различия высоко статистически значимы (p<0,01)..*

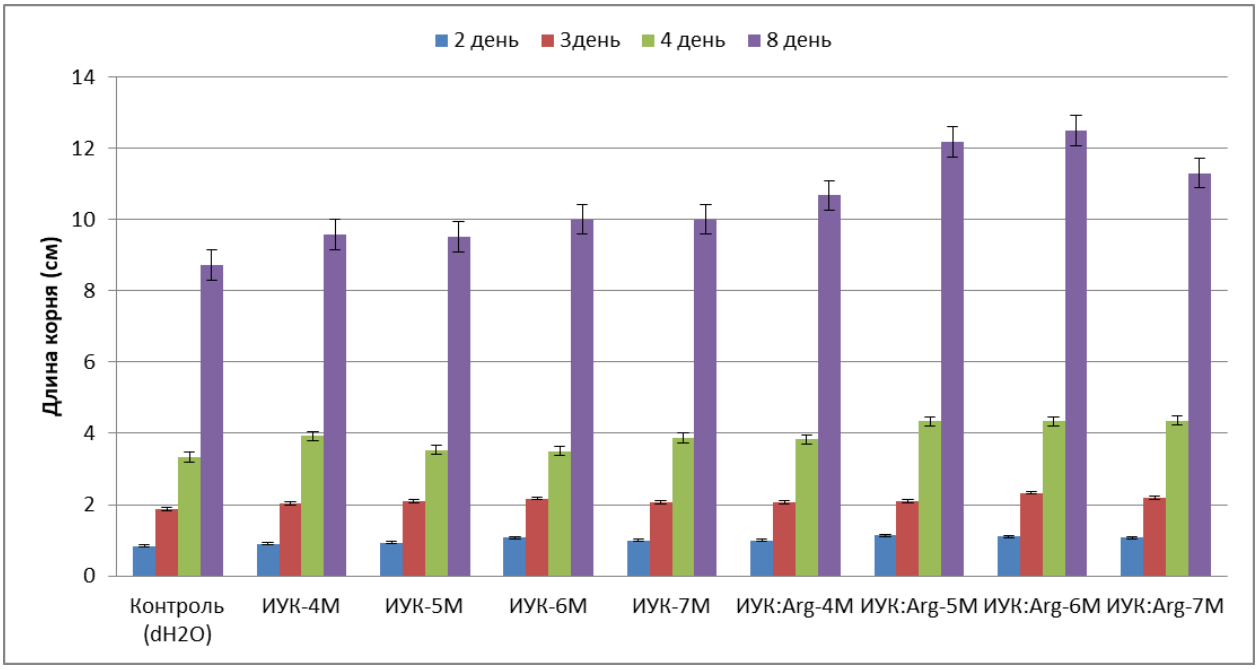


Рисунок 2. Влияние синтезированных производных индол-3-уксусной кислоты на динамику роста корневой системы проростков ячменя (Hordeum vulgare L.)

Одним из наиболее информативных показателей физиологической активности регуляторов роста является длина корневой системы проростков. В настоящем исследовании для углублённой оценки биологической активности было выбрано амидное производное индол-3-уксусной кислоты с аргинином (ИУК–Арг). Полученные результаты свидетельствуют о выраженном стимулирующем влиянии ИУК–Арг на рост корневой системы проростков ячменя по сравнению с контрольным вариантом. (рисунок 2).На вторые сутки различия между вариантами были незначительными. Однако начиная с третьих суток наблюдалось постепенное усиление ростостимулирующего эффекта большинства исследуемых соединений. Наиболее выраженное влияние зарегистрировано у производных ИУК:Арг- 10^{-5} М и ИУК:Арг- 10^{-}6 М, которые к восьмым суткам обеспечивали максимальную длину корней — около 12–12,5 см, что значительно превышало контрольный вариант (≈8,8 см). Растворы ИУК в концентрациях 10^{-6} и 10^{-7} М также оказывали стимулирующее действие на развитие корневой системы, однако их эффект был менее выраженным по сравнению с ИУК–Арг. Полученные результаты позволяют предположить, что введение остатка аргинина в молекулу индол-3-уксусной кислоты способствует усилению физиологической активности соединения.

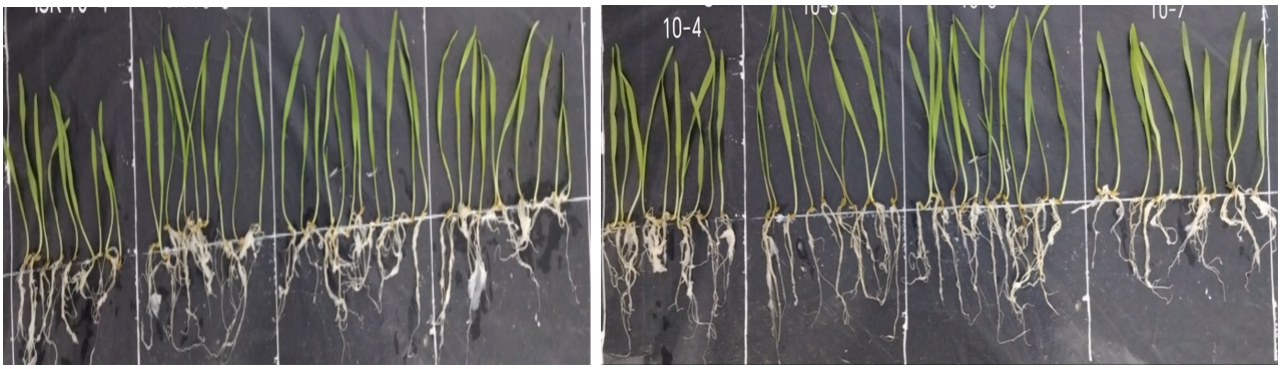


Рисунок 3. Влияние различных концентраций индол-3-уксусной кислоты (ИУК) и её амидного производного с аргинином (ИУК–Арг) на рост корневой системы проростков ячменя (Hordeum vulgare L.) на восьмые сутки культивирования. Слева представлены проростки, обработанные ИУК (4М–7М), справа — проростки, обработанные ИУК–Арг (4М–7М)

Вероятно, это связано с улучшением транспорта молекулы в растительных тканях, увеличением её устойчивости к ферментативной инактивации и постепенным высвобождением свободной индол-3-уксусной кислоты. Следует отметить, что наиболее высокая рострегулирующая активность наблюдалась при использовании соединений ИУК:Арг-10^{-5}М и ИУК:Арг-10^{-}6М, что свидетельствует о существовании оптимальной концентрации препарата. Дальнейшее увеличение концентрации не сопровождалось существенным усилением биологического эффекта. Наблюдаемое стимулирующее действие ИУК–Арг на рост корневой системы может быть связано с сочетанным влиянием индольного и аминокислотного компонентов молекулы. Индол-3-уксусная кислота является естественным ауксином, регулирующим процессы клеточного деления и растяжения, формирование и развитие корневой системы растений. В свою очередь, аргинин является важной аминокислотой, участвующей в азотном обмене и ряде физиолого-биохимических процессов растений. Кроме того, аргинин рассматривается как предшественник биосинтеза полиаминов и оксида азота, участвующих в регуляции роста, развития и адаптационных процессов растений. В связи с этим можно предположить, что объединение ИУК и аргинина в составе одного амидного производного может способствовать реализации комплексного росторегулирующего эффекта. Однако содержание полиаминов, оксида азота и параметры азотного обмена в настоящем исследовании непосредственно не определялись, поэтому данный механизм рассматривается как возможное объяснение наблюдаемого эффекта ИУК–Арг, а не как экспериментально установленный механизм его действия.

Заключение

В результате проведённого исследования разработан эффективный способ синтеза амидных производных индол-3-уксусной кислоты с аминокислотами с использованием карбодиимидной системы DCC/HOBt. Предложенный метод позволяет получать целевые соединения в мягких условиях без предварительной защиты функциональных групп аминокислот. Выход синтезированных соединений составил 68–75 %. Биологические испытания на проростках ячменя (Hordeum vulgare L.) показали выраженное ростстимулирующее действие исследованных соединений. Наиболее существенные различия наблюдались по длине корневой системы. На восьмые сутки длина корней в контрольном

варианте составила 8,73 см, тогда как при обработке ИУК–Арг в концентрации 5М и 6М она достигала соответственно 12,17 и 12,50 см, что превышало контроль в 1,39 и 1,43 раза соответственно. При использовании ИУК–Арг 10^{-4} М и 10^{-7}М длина корней на восьмые сутки составляла 10,67 и 11,30 см, что соответствовало увеличению относительно контроля в 1,22 и 1,29 раза. Для свободной ИУК наиболее высокие значения также отмечены при концентрациях 10^{-6} М и 10^{-7}М — по 10,00 см, что в 1,15 раза превышало контрольный показатель. Динамика роста также свидетельствовала о постепенном усилении эффекта препаратов. В варианте ИУК–Арг 10^{-5}М длина корней увеличилась с 2,10 см на третьи сутки до 4,33 см на четвёртые сутки, то есть в 2,06 раза, а к восьмым суткам достигла 12,17 см. При ИУК–Арг 10^{-6}М данный показатель увеличился с 2,33 до 4,33 см за период с третьих по четвёртые сутки (в 1,86 раза), а к восьмым суткам достиг 12,50 см. Таким образом, среди исследованных вариантов наиболее выраженное рострегулирующее действие проявили амидные производные ИУК с аргинином в концентрациях 10^{-5} М и 10^{-6} М. Их применение обеспечивало увеличение длины корневой системы на 39 и 43 % соответственно по сравнению с контролем. Полученные результаты свидетельствуют о перспективности ИУК–Арг 10^{-5} М и ИУК–Арг 10^{-6} М для дальнейшего изучения в качестве потенциальных регуляторов роста растений.

Список литературы

1. Adamowski M., Friml J. PIN-dependent auxin transport: action, regulation, and evolution // The Plant Cell. – 2015. – Т. 27, № 1. – P. 20–32. – DOI: 10.1105/tpc.114.134874.
2. Blakeslee J.J., Peer W.A., Murphy A.S. Auxin transport // Current Opinion in Plant Biology. – 2005. – Т. 8. – P. 494–500. – DOI: 10.1016/j.pbi.2005.07.014.
3. Brunoni F. et al. Amino acid conjugation of oxIAA is a secondary metabolic regulation involved in auxin homeostasis // New Phytologist. – 2023. – Т. 238, № 6. – P. 2264–2270. – DOI: 10.1111/nph.18887.
4. Casanova-Sáez R., Mateo-Bonmatí E., Ljung K. Auxin Metabolism in Plants // Cold Spring Harbor Perspectives in Biology. – 2021. – Т. 13, № 3. – DOI: 10.1101/cshperspect.a039867.
5. Casanova-Sáez R., Mateo-Bonmatí E. Auxin metabolism: a dynamic regulator of plant development // International Journal of Molecular Sciences. – 2021. – Т. 22, № 21. – Art. 11292. – DOI: 10.3390/ijms222111292.
6. Du M., Spalding E.P., Gray W.M. Rapid Auxin-Mediated Cell Expansion // Annual Review of Plant Biology. – 2020. – Т. 71. – P. 379–402. – DOI: 10.1146/annurev-arplant-073019-025907.
7. Enders T.A., Strader L.C. Auxin activity: past, present, and future // American Journal of Botany. – 2015. – Т. 102, № 2. – P. 180–196. – DOI: 10.3732/ajb.1400285.
8. Hayashi K. et al. The main oxidative inactivation pathway of the plant hormone auxin // Nature Communications. – 2021. – Т. 12. – Art. 6752. – DOI: 10.1038/s41467-021-27020-1.
9. Hayashi K.-I. Chemical Biology in Auxin Research // Cold Spring Harbor Perspectives in Biology. – 2021. – Т. 13, № 5. – DOI: 10.1101/cshperspect.a040105.

10. Ludwig-Müller J. Auxin conjugates: their role for plant development and in the evolution of land plants // Journal of Experimental Botany. – 2011. – T. 62, № 6. – P. 1757–1773. – DOI: 10.1093/jxb/erq412.
11. Mellor N. et al. Dynamic regulation of auxin oxidase and conjugating enzymes AtDAO1 and GH3 modulates auxin homeostasis // Proceedings of the National Academy of Sciences. – 2016. – T. 113, № 39. – P. 11022–11027. – DOI: 10.1073/pnas.1604458113.
12. Novák O., Napier R., Ljung K. Zooming In on Plant Hormone Analysis: Tissue- and Cell-Specific Approaches // Annual Review of Plant Biology. – 2017. – T. 68. – P. 323–348. – DOI: 10.1146/annurev-arplant-042916-040812.
13. Olatunji D., Geelen D., Verstraeten I. Control of endogenous auxin levels in plant root development // International Journal of Molecular Sciences. – 2017. – T. 18, № 12. – Art. 2587. – DOI: 10.3390/ijms18122587.
14. Semeradova H., Montesinos J.C., Benkova E. All Roads Lead to Auxin: Post-translational Regulation of Auxin Transport by Multiple Hormonal Pathways // Plant Communications. – 2020. – T. 1. – Art. 100048. – DOI: 10.1016/j.xplc.2020.100048.
15. Staswick P.E. et al. Characterization of an Arabidopsis enzyme family that conjugates amino acids to indole-3-acetic acid // Plant Cell. – 2005. – T. 17, № 2. – P. 616–627. – DOI: 10.1105/tpc.104.026690.
16. Wang R., Estelle M. Diversity and specificity: auxin perception and signaling through the TIR1/AFB pathway // Current Opinion in Plant Biology. – 2014. – T. 21. – P. 51–58. – DOI: 10.1016/j.pbi.2014.06.006.
17. Weijers D., Wagner D. Transcriptional Responses to the Auxin Hormone // Annual Review of Plant Biology. – 2016. – T. 67. – P. 539–574. – DOI: 10.1146/annurev-arplant-043015-112122.
18. Zhao Y. Essential Roles of Local Auxin Biosynthesis in Plant Development and in Adaptation to Environmental Changes // Annual Review of Plant Biology. – 2018. – T. 69. – P. 417–435. – DOI: 10.1146/annurev-arplant-042817-040226.

Статья поступила в редакцию: 21.09.2026
Статья принята к публикации: 26.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК + 543.42+582.675.1

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23469

Фитохимический состав представителей рода *Cistanche* и перспективные направления исследования для *Cistanche trivalvis*

Турсунов Жахонгир Исроилович
(PhD), доц.
кафедра химии, Ферганский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Фергана
ORCID: 0000-0002-6910-6300
E-mail: bioximik1177@mail.ru

Тожибоева Шахноза Ғайрат кызы
ассистент кафедры пищевых технологий и инженерии
Международный институт пищевых технологий и инженерии
Республика Узбекистан, г. Фергана
E-mail: shanozatojiboyeva739@gmail.com

Phytochemical composition of species of the genus *Cistanche* and promising research directions for *Cistanche trivalvis*

Tursunov Jakhongir Isroilovich
doctor of Philosophy (PhD)
in Chemical Sciences, Associate Professor, Department of Chemistry, Fergana State University
Republic of Uzbekistan, Fergana

Tojiboeva Shakhnoza Ghayrat kizi
Assistant
at the Department of Food Technology and Engineering, International Institute of Food Technology and Engineering
Republic of Uzbekistan, Fergana

Аннотация

В статье исследованы представители рода *Cistanche* (сем. Orobanchaceae) — ценное лекарственное сырьё традиционной китайской и восточной медицины, отличающееся богатым фитохимическим составом. Особое внимание уделено фенилэтаноидным гликозидам (эхинакозид, актеозид/вербаскозид), иридоидам, лигнанам, флавоноидам и полисахаридным комплексам, которые обусловливают широкий спектр фармакологической активности: выраженное антиоксидантное, гепатопротекторное, нейропротекторное,

Библиографическое описание: Турсунов Ж.И., Тожибоева Ш.Ғ. кызы Фитохимический состав представителей рода Cistanche и перспективные направления исследования для Cistanche trivalvis // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23469

иммуномодулирующее и геропротекторное действие. Вид *Cistanche trivalvis* (Trautv.) Korsh., естественно произрастающий в сложных почвенно-климатических условиях Узбекистана (в частности, в песчаных экосистемах Языяванской степи) и паразитирующий на корневой системе растений-хозяев из родов *Tamarix* и *Haloxylon*, до настоящего времени остается практически неизученным объектом с точки зрения фитохимии. В данной работе систематизированы актуальные литературные данные о метаболомном профиле рода *Cistanche* и на этой научно-методологической основе детально обоснованы перспективные направления комплексного исследования *Cistanche trivalvis*. Предложенный алгоритм включает: оптимальные режимы экстракции и фракционирования растительного сырья, глубокий скрининг и выделение доминирующих фенилэтаноидных гликозидов с применением высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), качественный и количественный анализ сопутствующих групп биологически активных веществ (иридоидов, полисахаридов, макро- и микроэлементов).

Для достоверного установления химического строения выделенных индивидуальных соединений предусмотрено использование современных физико-химических и спектральных методов анализа (УФ-, ИК-, ЯМР-спектроскопия и масс-спектрометрия). Кроме того, запланирована первичная биологическая оценка антиоксидантной и антимикробной активности полученных экстрактов, а также эколого-фитохимический анализ влияния почвенно-климатических факторов аридной зоны на динамику накопления вторичных метаболитов. Полученные результаты позволят впервые научно обосновать и детально раскрыть уникальный химический состав данного малоизученного вида, заложив прочный фундамент для углубленного фармакологического скрининга. Это откроет реальные перспективы для рационального использования местного дикорастущего сырья, создания инновационных отечественных фитопрепаратов с заданными терапевтическими свойствами, а также эффективного сохранения и устойчивого управления биоресурсами экосистем Центральной Азии.

Abstract

This article examines species of the genus *Cistanche* (family Orobanchaceae)—a valuable medicinal resource in traditional Chinese and Eastern medicine, distinguished by a rich phytochemical composition. Particular attention is paid to phenylethanoid glycosides (echinacoside, acteoside/verbascoside), iridoids, lignans, flavonoids, and polysaccharide complexes, which are responsible for a wide spectrum of pharmacological activities, including pronounced antioxidant, hepatoprotective, neuroprotective, immunomodulatory, and geroprotective effects. The species *Cistanche trivalvis* (Trautv.) Korsh.—which grows naturally under the challenging soil and climatic conditions of Uzbekistan (specifically in the sandy ecosystems of the Yazyavan Steppe) and parasitizes the root systems of host plants from the genera *Tamarix* and *Haloxylon*—remains virtually unstudied from a phytochemical perspective. This paper systematizes current literature data on the metabolomic profile of the genus *Cistanche* and, based on this scientific-methodological foundation, provides a detailed rationale for promising avenues of comprehensive research into *Cistanche trivalvis*. The proposed workflow includes: optimizing extraction and fractionation protocols for the plant material; conducting in-depth screening and isolation of dominant phenylethanoid glycosides using high-performance liquid chromatography (HPLC); and

performing qualitative and quantitative analysis of associated groups of biologically active substances (iridoids, polysaccharides, and macro- and microelements). To reliably determine the chemical structures of the isolated individual compounds, the study employs modern physicochemical and spectral analytical methods (UV, IR, and NMR spectroscopy, as well as mass spectrometry). Furthermore, plans are in place for a preliminary biological assessment of the antioxidant and antimicrobial activity of the obtained extracts, as well as an ecological-phytochemical analysis of how soil and climatic factors in the arid zone influence the accumulation dynamics of secondary metabolites. The results will provide a scientific basis—for the first time—to elucidate the unique chemical composition of this little-studied species in detail, thereby laying a solid foundation for in-depth pharmacological screening. This will open up genuine prospects for the rational use of local wild-growing raw materials, the development of innovative domestic herbal medicines with specific therapeutic properties, and the effective conservation and sustainable management of the biological resources of Central Asian ecosystems.

Ключевые слова: Cistanche trivalvis, фитохимия, фенилэтаноидные гликозиды, эхинакозид, вербаскозид, полисахариды, ВЭЖХ, лекарственные растения, Узбекистан, антиоксидантная активность.

Keywords: Cistanche trivalvis, phytochemistry, phenylethanoid glycosides, echinacoside, verbascoside, polysaccharides, HPLC, medicinal plants, Uzbekistan, antioxidant activity.

Введение

Представители рода Cistanche (сем. Orobanchaceae) — это голопаразитные или гемипаразитные растения, лишённые хлорофилла или содержащие его в очень незначительном количестве; свою жизнедеятельность они осуществляют за счёт воды и органических веществ, получаемых через гаустории из корневой системы растений-хозяев. Представители рода, в частности Cistanche deserticola и Cistanche tubulosa, издавна считаются ценным лекарственным сырьём в традиционной китайской медицине и известны под названием «пустынный женьшень» [10, 16].

В результате широкомасштабных фитохимических и фармакологических исследований, проведённых за последнее десятилетие, в составе представителей рода Cistanche были выявлены группы биологически активных веществ: фенилэтаноидные гликозиды (ФЭГ), иридоиды и их гликозиды, лигнаны, олигосахариды, полисахариды, аминокислоты, органические кислоты и другие соединения. Показано, что эти соединения обладают антиоксидантной, гепатопротекторной, иммуномодулирующей, нейропротекторной, антидиабетической, антимикробной и геропротекторной (антивозрастной) активностью [10,7, 6].

Вид Cistanche trivalvis (Trautv.) Korsh., характерный для Центральной Азии, в том числе для Узбекистана, в этом отношении практически не изучен. Цель настоящих тезисов — систематизировать накопленные научные данные о фитохимическом составе представителей рода и на этой основе научно обосновать перспективные направления исследования химического состава Cistanche trivalvis.

Основные фитохимические группы рода Cistanche

Наиболее многочисленной и глубоко изученной группой соединений у представителей рода Cistanche являются фенилэтаноидные гликозиды (ФЭГ). Среди них эхинакозид (echinacoside) и вербаскозид (acteoside) являются основными и наиболее распространёнными компонентами; именно эти два вещества официально приняты в Фармакопее Китая в качестве индикаторных компонентов качества сырья Cistanche [10]. Помимо них, выявлен и структурно охарактеризован ряд других фенилэтаноидных гликозидов — цистанозиды (A, B, C, D, H), изоактеозид, тубулозиды A и B, 2-ацетилактеозид [10, 5].

Фармакологическая активность фенилэтаноидных гликозидов весьма разнообразна: в экспериментальных моделях подтверждено, что они оказывают антиоксидантное действие за счёт связывания свободных радикалов и снижения окислительного стресса, защищают печень от фиброза и ишемически-реперфузионного повреждения, модулируют иммунную систему, а также обладают нейропротекторными и антидиабетическими свойствами [15, 7, 14, 11]. В частности, установлено, что эхинакозид, взаимодействуя с рецептором гормона роста растений (грелиновым рецептором), стимулирует секрецию гормона роста, что рассматривается как один из молекулярных механизмов его «антивозрастного» действия [9].

Помимо фенилэтаноидных гликозидов, в составе представителей рода Cistanche выявлены иридоиды и их гликозиды (канканоза, канканол, канканозиды A, B, C, D, F и др.), лигнаны, фенилэтил-олигосахариды, полисахариды, галактит, аминокислоты, органические кислоты и эфирные масла [10, 6]. Полисахариды по количественному содержанию занимают второе место после ФЭГ и являются важной группой компонентов, вносящих вклад в иммуномодулирующую и антиоксидантную активность [10].

Факторы, влияющие на состав, и межвидовые различия

Анализ литературы показывает, что качество сырья Cistanche и содержание в нём биологически активных веществ существенно варьируют в зависимости от ряда факторов — вида, географического происхождения (места произрастания), вида растения-хозяина, сроков сбора и технологии сушки [10]. Так, методом ВЭЖХ точно установлено, что в стебле Cistanche tubulosa доля эхинакозида в общем содержании фенилэтаноидных гликозидов составляет примерно 42–43 %, а вербаскозида — около 14 % [11]. Такие количественные различия свидетельствуют о значительной изменчивости состава даже внутри одного рода — между видами и популяциями.

В качестве основного метода количественного и качественного определения химического состава широко применяется высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), в том числе с использованием стандартных образцов (эхинакозида, вербаскозида) для сравнения [5]. Данная методология может служить методологической основой и для первого научного описания химического состава Cistanche trivalvis.

Cistanche trivalvis — фитохимически неизученный вид

Cistanche trivalvis (Trautv.) Korsh., как это следует уже из его латинского названия («trivalvis» — трёхстворчатый), таксономически отличается от большинства других видов рода тем, что при созревании плодовая коробочка раскрывается не на две, а на три створки.

Вид распространён на территории Узбекистана, в частности в песках Языявана Ферганской долины, на песчано-солончаковых почвах, паразитируя преимущественно на видах Tamarix и Haloxylon [13, 12].

При этом проведённый поиск литературы показал, что специальные исследования непосредственно химического состава, профиля биологически активных веществ или фармакологических свойств Cistanche trivalvis на сегодняшний день отсутствуют. По биоэкологическим особенностям вида также имеется лишь отдельное исследование близкородственного вида Cistanche mongolica (в том же регионе — в границах Языяванского государственного природного памятника) [1], тогда как данные непосредственно о Cistanche trivalvis практически отсутствуют. Аналогичным образом, для другого представителя рода — Cistanche mongolica — существует отдельное исследование макро- и микроэлементного состава [3], что указывает на возможность проведения подобных системных исследований как элементного, так и органического состава и для близких видов.

Заключение

Таким образом, богатый фитохимический состав и доказанный фармакологический потенциал представителей рода Cistanche, в частности Cistanche deserticola и Cistanche tubulosa, создают достаточную научную основу для рассмотрения Cistanche trivalvis в качестве перспективного объекта фитохимического исследования. При этом отсутствие специальных данных о химическом составе данного вида представляет собой существующий научный пробел. Последовательные исследования по указанным выше направлениям (экстракция, скрининг фенилэтаноидных гликозидов, доказательство структуры, первичная оценка биологической активности и изучение влияния экологических факторов) позволят впервые на научной основе раскрыть индивидуальный химический состав Cistanche trivalvis, а также в перспективе превратить его в готовую сырьевую базу для дальнейших углублённых исследований биологической активности.

Список литературы

1. Акбарова М.Х., Джураев З.Н. Биоэкологические особенности Cistanche mongolica Beck, распространённого в государственном природном памятнике «Языяванские пески» // Научный вестник ФерГУ. – 2023. – № 2. – С. 172–174.
2. Терехин Э.С. Паразитные цветковые растения: эволюция онтогенеза и образа жизни. – Л.: Наука, 1977. – 220 с.
3. Турсунов Ж.И., Ибрагимов А.А., Курбонов Б.И. Макро- и микроэлементный состав Cistanche mongolica G. Beck // Universum: химия и биология. – 2020. – № 9 (75). – С. 34–37.
4. Флора Узбекистана. Т. 5. – Ташкент: АН УзССР, 1961. – С. 505–506.
5. Analysis of Echinacoside and Verbascoside in Cistanche deserticola [Электронный ресурс]. // Agilent Technologies, Application Note. (дата обращения: 02.10.2026).

6. Bioactive metabolites and pharmacology of Cistanche tubulosa – A review [Электронный ресурс]. // ResearchGate. – 2020. URL: https://www.researchgate.net/publication/338901804 (дата обращения: 02.10.2026).
7. Chemical composition, pharmacological effects, and parasitic mechanisms of Cistanche deserticola: An update [Электронный ресурс]. // ScienceDirect. – 2024. URL: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0944711324004665 (дата обращения: 02.10.2026).
8. Cistanche (страница рода по данным POWO) [Электронный ресурс]. // Wikipedia. URL: https://en.wikipedia.org/wiki/Cistanche (дата обращения: 02.10.2026).
9. Echinacoside Isolated from Cistanche tubulosa Putatively Stimulates Growth Hormone Secretion via Activation of the Ghrelin Receptor [Электронный ресурс]. // PMC (NCBI). URL: https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC6413234/ (дата обращения: 02.10.2026).
10. Liu X., Wu Y. et al. Factors affecting the quality of Cistanche herbal: from the content of bioactive components // Phytochemistry Reviews. [Электронный ресурс]. – 2025. URL: https://link.springer.com/article/10.1007/s11101-025-10144-3 (дата обращения: 02.10.2026).
11. Phenylethanol Glycosides from Cistanche tubulosa Suppress Hepatic Stellate Cell Activation and Block the Conduction of Signaling Pathways in TGF-β1/Smad as Potential Anti-Hepatic Fibrosis Agents // Molecules. – 2016. – T. 21, № 1. – Art. 102.
12. Plantarium.ru. C. trivalvis (Trautv.) Korsh.; Cistanche salsa; Cistanche mongolica (гербарные образцы, Узбекистан и Казахстан). [Электронный ресурс]. URL: https://plantarium.ru (дата обращения: 02.10.2026).
13. Plants of the World Online (POWO). Cistanche – Royal Botanic Gardens, Kew. [Электронный ресурс]. URL: https://powo.science.kew.org (дата обращения: 02.10.2026).
14. Radio Frequency Vacuum Drying Study on the Drying Characteristics and Quality of Cistanche Slices [Электронный ресурс]. // PMC (NCBI). – 2024. URL: https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC11487376/ (дата обращения: 02.10.2026).
15. Wang F., Zhuo B. et al. Phenylethanoid Glycosides from Cistanche deserticola Y.C. Ma: Synergistic Effects, Multi-target Mechanisms and Translational Applications [Электронный ресурс]. // PMC (NCBI). – 2026. URL: https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC12987270/ (дата обращения: 02.10.2026).
16. Zhang X. et al. Cistanches Herba: A Neuropharmacology Review // Frontiers in Pharmacology. – 2016. – T. 7. – Art. 289.

References

1. Akbarova M.Kh., Dzhuraev Z.N. [Bioecological features of Cistanche mongolica Beck distributed in the state natural monument 'Yazyavan Sands'] // Nauchnyj vestnik FerGU. – 2023. – No. 2. (In Russ.)
2. Terekhin E.S. [Parasitic flowering plants: evolution of ontogenesis and mode of life]. – L.: Nauka, 1977 (In Russ.)

3. Tursunov Zh.I., Ibragimov A.A., Kurbonov B.I. [Macro- and microelement composition of Cistanche mongolica G. Beck] // Universum: khimiya i biologiya. – 2020. – No. 9 (75). (In Russ.)
4. [Flora of Uzbekistan]. T. 5. – Tashkent: AN UzSSR, 1961. – S. 505–506 (In Russ.)
5. Analysis of Echinacoside and Verbascoside in Cistanche deserticola // Agilent Technologies, Application Note. – URL: https://www.agilent.com/cs/library/applications/5990-9633EN.pdf (accessed: 02.10.2026).
6. Bioactive metabolites and pharmacology of Cistanche tubulosa – A review // ResearchGate. – 2020. – URL: https://www.researchgate.net/publication/338901804 (accessed: 02.10.2026).
7. Chemical composition, pharmacological effects, and parasitic mechanisms of Cistanche deserticola: An update // ScienceDirect. – 2024. – URL: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0944711324004665 (accessed: 02.10.2026).
8. Cistanche (страница рода по данным POWO) // Wikipedia. – URL: https://en.wikipedia.org/wiki/Cistanche (accessed: 02.10.2026).
9. Echinacoside Isolated from Cistanche tubulosa Putatively Stimulates Growth Hormone Secretion via Activation of the Ghrelin Receptor // PMC (NCBI). – URL: https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC6413234/ (accessed: 02.10.2026).
10. Liu X., Wu Y. et al. Factors affecting the quality of Cistanche herbal: from the content of bioactive components // Phytochemistry Reviews. – 2025 – URL: https://link.springer.com/article/10.1007/s11101-025-10144-3 (accessed: 02.10.2026).
11. Phenylethanol Glycosides from Cistanche tubulosa Suppress Hepatic Stellate Cell Activation and Block the Conduction of Signaling Pathways in TGF-β1/Smad as Potential Anti-Hepatic Fibrosis Agents // Molecules. – 2016. – Vol. 21, No. 1. – Art. 102.
12. Plantarium.ru. C. trivalvis (Trautv.) Korsh.; Cistanche salsa; Cistanche mongolica (гербарные образцы, Узбекистан и Казахстан) – URL: https://plantarium.ru (accessed: 02.10.2026).
13. Plants of the World Online (POWO). Cistanche – Royal Botanic Gardens, Kew – URL: https://powo.science.kew.org (accessed: 02.10.2026).
14. Radio Frequency Vacuum Drying Study on the Drying Characteristics and Quality of Cistanche Slices // PMC (NCBI). – 2024. – URL: https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC11487376/ (accessed: 02.10.2026).
15. Wang F., Zhuo B. et al. Phenylethanoid Glycosides from Cistanche deserticola Y.C. Ma: Synergistic Effects, Multi-target Mechanisms and Translational Applications // PMC (NCBI). – 2026. – URL: https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC12987270/ (accessed: 02.10.2026).
16. Zhang X. et al. Cistanches Herba: A Neuropharmacology Review // Frontiers in Pharmacology. – 2016. – Vol. 7. – Art. 289.

Статья поступила в редакцию: 17.08.2026
Статья принята к публикации: 21.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 665.3:582.794.1

Жирные кислоты в составе семян *Mogoltavia severzowi*

Умарксонов Хамидиллохон Вахобджон огли
магистрант
Ташкентская фармацевтика институт
Республика Узбекистан, г. Ташкент
ORCID: 0009-0005-0236-6609

Аскаров Иброхимджон Рахмонович
д-р хим. наук, проф.
Андижанский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Андижан
ORCID: https://orcid.org/0000-0003-1625-0330
E-mail: i.asqarov@gmail.com

Мукимжонова Умидаксон Вахобхан кызы
д-р философии, доц.
Кокандский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Коканд
ORCID: 0009-0006-5061-481
E-mail: muqimjonovaumidaxon@mail.ru

Fatty acids in the seeds of *Mogoltavia severzowi*

Umarksonov Khamidillokhon Vakhobjon ogly
master's student
Tashkent Pharmaceutical Institute
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Askarov Ibrokhimdzhon Rakhmonovich
Dr. Chem. sciences, prof. Andijan State University
Republic of Uzbekistan, Andijan

Mukimzhonova Umidakson Vakhobkhan kyzy
doctor of Philosophy, Associate Professor, Kokand State University
Republic of Uzbekistan, Kokand

Аннотация

В статье представлены результаты исследования жирнокислотного состава масла семян Mogoltavia sewerzowii — эндемичного представителя семейства Apiaceae, произрастающего в горных районах Ферганской области Республики Узбекистан. Семена растения были собраны в первую неделю мая 2026 года на холмах в окрестностях села Сарыкурган

Библиографическое описание: Умарксонов Х.В.О., Аскаров И.Р., Мукимжонова У.В. кызы Жирные кислоты в составе семян Mogoltavia severzowi // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23455

Узбекистанского района. Целью исследования являлось определение качественного и количественного состава жирных кислот, содержащихся в семенах, методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором (ГХ-ПИД, FID). В результате анализа выявлено семь жирных кислот. Основным компонентом масла являлась цис-4,7,10,13,16,19-докозагексаеновая кислота (ДГК), содержание которой составило 56,04 ± 0,42 %. Второй по количеству компонент — масляная (бутановая) кислота, содержание которой достигало 26,16 ± 0,31 %. Кроме того, идентифицированы гексановая (5,64 ± 0,12 %), пальмитиновая (3,79 ± 0,08 %), арахидоновая (3,06 ± 0,07 %), линолевая (2,49 ± 0,05 %) и цис-11-эйкозеновая (2,81 ± 0,06 %) кислоты. Сумма идентифицированных кислот составила 99,99 %. Полученные результаты расширяют сведения о химическом составе Mogoltavia sewerzowii и создают основу для дальнейшего изучения биологической активности её семенного масла. Все количественные данные представлены как среднее арифметическое трёх параллельных измерений ($n = 3$, $p < 0,05$).

Abstract

This article presents the results of a study of the fatty acid composition of seed oil from Mogoltavia sewerzowii, an endemic representative of the Apiaceae family growing in the mountainous areas of the Fergana Region of Uzbekistan. Plant seeds were collected during the first week of May 2026 from hills surrounding Sarykurgan village in the Uzbek District. The aim of the study was to determine the qualitative and quantitative composition of fatty acids in the seeds using gas chromatography with a flame-ionization detector (GC-FID). The analysis identified seven fatty acids in the seed oil. The predominant component was cis-4,7,10,13,16,19-docosahexaenoic acid (DHA), accounting for 56.04 ± 0.42 % of the total fatty acid content. The second major component was butyric acid, with a concentration of 26.16 ± 0.31 %. Hexanoic acid (5.64 ± 0.12 %), palmitic acid (3.79 ± 0.08 %), arachidonic acid (3.06 ± 0.07 %), linoleic acid (2.49 ± 0.05 %), and cis-11-eicosenoic acid (2.81 ± 0.06 %) were also identified. The total of identified acids was 99.99 %. All quantitative data are presented as the arithmetic mean of three parallel measurements ($n = 3$, $p < 0.05$). The obtained results expand current knowledge of the chemical composition of Mogoltavia sewerzowii and provide a scientific basis for further investigation of the biological activity and potential pharmacological significance of its seed oil.

Ключевые слова: Mogoltavia sewerzowii, масло семян, ГХ-ПИД (FID), жирные кислоты, докозагексаеновая кислота (ДГК), масляная кислота.

Keywords: Mogoltavia sewerzowii, seed oil, GC-FID, fatty acids, docosahexaenoic acid (DHA), butyric acid.

Введение

Во всем мире широко развиваются исследования, направленные на выявление биологически активных веществ в растениях, особенно жирных кислот, и изучение их биологического значения [1]. Липиды в семенах растений имеют большое значение не только как источник энергии, но и как природный источник полиненасыщенных жирных кислот,

которые считаются важными для организма человека [12]. В частности, существует много научной информации о наличии жирных кислот различной биологической ценности в семенах растений семейства зонтичных (Apiaceae).

Исследования химического состава представителей семейства Apiaceae показали, что они содержат эфирные масла, фенольные соединения, флаво-ноиды, кумарины, терпеноиды, а также ненасыщенные жирные кислоты [17]. Большинство этих соединений обладают антиоксидантными, противо-воспалительными, антибактериальными и гиполипидемическими свойствами, что повышает их фармакологическое значение [14]. Поэтому в последние годы особое внимание уделяется изучению химического состава малоизученных видов этого семейства.

Mogoltavia sewerzowii — эндемичный вид центральноазиатской флоры, его ботанические характеристики и фитохимический состав изучены в некоторой степени [4–6], но информация о липидном профиле масла семян недостаточна.

Газовая хроматография (ГХ-ПИД и ГХ-МС) – один из наиболее надежных и высокоточных аналитических методов определения жирных кислот в растительных маслах. Этот метод позволяет анализировать жирные кислоты в виде метиловых эфиров и служит для определения даже очень малых компонентов [19].

Полиненасыщенные жирные кислоты, включая докозагексаеновую кислоту (ДГК), представитель группы омега-3, относятся к числу наиболее важных биологически активных веществ для здоровья человека. Научные исследования показали, что ДГК важна для развития центральной нервной системы, зрительной функции, стабильности клеточных мембран и регуляции воспалительных процессов [10, 18].

Масляная кислота, одна из короткоцепочечных жирных кислот, также привлекла большое внимание в последние годы. Согласно современным исследованиям, бутират является основным источником энергии для эпителиальных клеток кишечника, регулирует активность микробиоты, снижает воспалительные процессы и улучшает функционирование иммунной системы [9, 16].

Таким образом, анализ научной литературы показывает, что информации о химическом составе масла семян Mogoltavia sewerzowii, особенно о его жирнокислотном профиле, недостаточно. С этой точки зрения данное исследование является научно новаторским, поскольку оно впервые направлено на оценку липидного состава масла семян эндемичного растения с использованием метода ГХ-ПИД, идентификацию основных жирных кислот и обоснование их возможного фармакологического значения. Также были изучены жирные кислоты в семенах растения Mogoltavia sewerzowii, собранных в первую неделю мая 2026 года на холмах вокруг села Сарыкурган, Узбекского района, Ферганской области.

Материалы и методы исследования

Растительное сырьё и пробоподготовка

Семена Mogoltavia sewerzowii собирали в первую неделю мая 2026 года на холмах в окрестностях села Сарыкурган Узбекистанского района Ферганской области. Собранные семена высушивали в тени при комнатной температуре (20–25 °C) до постоянной массы в течение 7–10 суток, затем измельчали в лабораторной мельнице до размера частиц 0,5–

1,0 мм. Точную навеску измельчённых семян массой 5,00 ± 0,01 г помещали в коническую колбу объёмом 100 мл, приливали 50 мл гексана (х.ч., «Химмед»), герметично закрывали и экстрагировали при комнатной температуре в течение 24 ч при периодическом перемешивании. Экстракт фильтровали через бумажный фильтр «синяя лента», растворитель отгоняли на роторном испарителе при 40 °C под вакуумом. Полученное масло взвешивали и хранили в тёмной стеклянной посуде при –18 °C до анализа. Выход масла составил 18,7 ± 0,9 % от массы сухих семян.

Дериватизация жирных кислот

Жирные кислоты подвергали дериватизации метилированием. В стеклянную бутылку объёмом 10 мл с плотно закрывающейся крышкой помещали 0,5 мл масла, растворяли в 3 мл диэтилового эфира, добавляли 0,2 мл насыщенного раствора KOH в метаноле и инкубировали при 100 °C в течение 3–5 минут. После охлаждения добавляли 0,5–1,0 мл гексана и 2,0 мл дистиллированной воды, тщательно перемешивали и оставляли на 10–15 минут для отстаивания. После разделения раствора на фракции верхнюю часть (гексан) отбирали и отправляли на хроматограф для идентификации по стандартным образцам.

Условия хроматографического анализа

Количественный анализ жирных кислот осуществлялся методом газовой хроматографии на хроматографе Shimadzu (Япония) с пламенно-ионизационным детектором (FID). Колонка — Restek, Stabilwax, длина 60 м, внутренний диаметр 0,32 мм. Условия анализа: температура детектора — 300 °C, температура инжектора — 250 °C, газ-носитель — азот, 2,2 мл/мин, деление потока 1/10, объём инъекции — 1 мкл. Термостат работал в режиме температурного градиента: 1) 4 мин при 100 °C; 2) подъём 25 °C/мин до 200 °C, выдержка 8 мин; 3) подъём 5 °C/мин до 250 °C, выдержка 6 мин. Идентификацию проводили путём сравнения времён удерживания со стандартными образцами метиловых эфиров жирных кислот (Supelco 37 Component FAME Mix).

Статистическая обработка

Все измерения проводили в трёх параллельных пробах (n = 3). Рассчитывали среднее арифметическое (M) и стандартное отклонение (SD). Коэффициент вариации (CV) для всех идентифицированных кислот не превышал 3,0 %. Достоверность различий между компонентами оценивали с помощью однофакторного дисперсионного анализа (ANOVA) с последующим тестом Тьюки; различия считали значимыми при $p < 0,05$.

Результаты и обсуждение

Газохроматографический анализ масла семян Mogoltavia sewerzowii выявил в общей сложности 7 жирных кислот. Согласно результатам анализа, основной жирной кислотой в образце была цис-4,7,10,13,16,19-докозагексаеновая кислота ($C_{22}H_{32}O_2$), составляющая 56,04 % ± 0,42 %. Это указывает на то, что эта жирная кислота является относительно распространенной в масле семян. Докозагексаеновая кислота (ДГК) — одна из наиболее распространенных полиненасыщенных жирных кислот в организме человека. Концентрация

ДГК значительно варьируется в разных системах. В головном мозге и глазах уровень ДГК выше, чем в других органах. ДГК особенно концентрируется в сером веществе головного мозга и наружных сегментах сетчатки. В головном мозге ДГК участвует в передаче нервных сигналов, а в глазу — в зрении. Низкий уровень ДГК связан с нарушением когнитивного развития и зрительной функции. ДГК полезна при диабете, гиперлипидемии, сердечно-сосудистых заболеваниях, нейропатиях различной этиологии, сниженном иммунитете и воспалительных процессах при многих заболеваниях. Тот факт, что более 50 % жирных кислот в этом растении составляют цис-4,7,10,13,16,19-докозагексаеноат, указывает на важность исследований растения Mogoltavia sewerzowii.

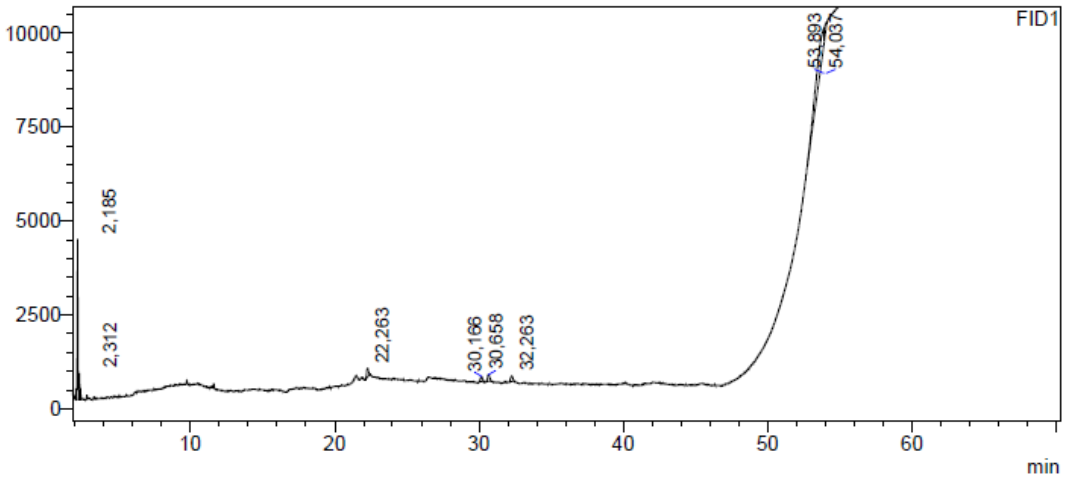


Рисунок 1. Хроматограмма жирных кислот из семян Mogoltavia Severzowi

Таблица 1.

Жирнокислотный состав масла семян Mogoltavia sewerzowii (n = 3, p < 0,05)

№	Жирная кислота	Время удерживания, мин	Площадь пика	Максимальная высота	Концентрация, % (M ± SD)
1	Масляная (бутановая) кислота	2,185	141344	260	26,16 ± 0,31
2	Гексановая (капроновая) кислота	2,312	30476	89	5,64 ± 0,12
3	Пальмитиновая кислота	22,263	20492	37	3,79 ± 0,08
4	Линолевая кислота	30,166	13451	39	2,49 ± 0,05
5	Арахидоновая кислота	30,658	1652	174	3,06 ± 0,07
6	цис-11-Эйкозеновая кислота	32,263	1520	145	2,81 ± 0,06
7	цис-4,7,10,13,16,19-Докозагексаеновая кислота (ДГК)	53,893	30273	400	56,04 ± 0,42
	Сумма идентифицированных кислот				99,99

Примечание: процентное содержание выражено относительно суммы всех идентифицированных жирных кислот; M — среднее арифметическое, SD — стандартное отклонение.

Вторая по величине доля приходится на масляную кислоту, составляющую 26,16 ± 0,31 % от общего количества жирных кислот. Бутират, или масляная кислота, является продуктом жизнедеятельности кишечных бактерий. Но это не просто бактериальные отходы. Бутират — это питательное вещество, крайне необходимое для организма.

Также в ходе анализа были обнаружены гексановая кислота (5,64 ± 0,12 %), пальмитиновая кислота (3,79 ± 0,08 %), линолевая кислота (2,49 ± 0,05 %), арахидоновая кислота (3,06 ± 0,07 %), цис-11-эйкозеновая кислота (2,81 ± 0,06 %). Эти результаты указывают на присутствие в масле семян короткоцепочечных, насыщенных и ненасыщенных жирных кислот.

В частности, присутствие ненасыщенных жирных кислот, таких как линолевая кислота и докозагексаеновая кислота (ДГК), указывает на то, что это растение может обладать антиоксидантной, противовоспалительной и мембранозащитной биологической активностью. Это создаёт научную основу для дальнейшего изучения масла семян *Mogoltavia sewerzowii* в качестве фармакологического и функционального пищевого продукта.

Сравнительный анализ с литературными данными

Полученный жирнокислотный профиль *Mogoltavia sewerzowii* существенно отличается от типичных представителей Apiaceae. Для большинства зонтичных (например, *Coriandrum sativum*, *Carum carvi*, *Foeniculum vulgare*) характерно доминирование петрозелиновой кислоты (18:1Δ6c), содержание которой может достигать 50–80 % от суммы жирных кислот [13, 8]. В нашем образце петрозелиновая кислота не обнаружена, а основным компонентом является ДГК (56,04 %). Столь высокое содержание ДГК в семенном масле высшего растения является редким явлением: обычно ДГК накапливается в тканях морских организмов (рыбий жир, микроводоросли) и лишь в единичных случаях описана для семян растений, например, для некоторых видов *Borago* и *Buglossoides* (Boraginaceae) [2, 3, 11, 15, 20]. Ранее для Mogoltavia sewerzowii были описаны флавоноиды и водорастворимые витамины [7], однако жирнокислотный состав семян этого вида до настоящего времени оставался неизученным.

Среди других видов *Mogoltavia* (M. nuda, M. sewerzowii) данных по жирнокислотному составу семян в доступной литературе практически нет, что подтверждает новизну настоящего исследования. Появление значительных количеств масляной (26,16 %) и гексановой (5,64 %) кислот также нетипично для семенных масел и может быть связано с особенностями биосинтеза короткоцепочечных жирных кислот у данного эндемика.

Заключение

В целом, результаты анализа методом ГХ-ПИД указывают на то, что химический состав масла семян *Mogoltavia sewerzowii*, одного из двух представителей рода *Mogoltavia* семейства Apiaceae, был изучен впервые, и что в нём преобладает цис-4,7,10,13,16,19-докозагексаеноат, а также содержится ряд биологически важных ненасыщенных жирных кислот.

Обнаружение столь высокого содержания ДГК (более 56 %) в семенном масле высшего растения представляет значительный научный интерес. Можно выдвинуть несколько гипотез о причинах накопления ДГК: 1) особенности липидного метаболизма, связанные с адаптацией к горным условиям произрастания; 2) наличие специфических десатураз

и элонгаз, обеспечивающих синтез длинноцепочечных ПНЖК; 3) симбиотическое влияние эндофитных микроорганизмов. Дальнейшие исследования должны включать изучение экспрессии генов, ответственных за биосинтез жирных кислот, а также оценку антиоксидантной активности, токсикологическую оценку и определение возможности использования масла в фармацевтике и функциональном питании. Кроме того, перспективным направлением является разработка методов очистки и фракционирования масла с целью получения концентратов ДГК.

Список литературы

1. Аскаров И.Р. Табобат комуси. С. 1001–1008. – Ташкент: Мумтоз сўз, 2019.
2. Молчанова О.В., Шелепова О.В. Жирнокислотный состав семян некоторых видов семейства Apiaceae флоры Узбекистана // Химия природных соединений. – 2022. – № 4. – С. 512–516.
3. Рахимов Д.А., Саидходжаева М.М. Липидный состав семян эндемичных растений Центральной Азии // Узбекский биологический журнал. – 2023. – № 2. – С. 34–40.
4. Умарксонов Х.В., Исроилова Х.В. Хўжаева Н.Т., Хўжаев В.У. Mogoltavia sewerzowii (Regel) Korovin ўсимлиги таркибидаги сувда эрийдиган витаминлар // ҚўқонДУ. Илмий хабарлар. – 2026. – № 1.
5. Умарксонов Х.В., Исроилова Х.В. Хўжаева Н.Т., Хўжаев В.У. Mogoltavia sewerzowii ўсимлиги флавоноидлари // ФарДУ. Илмий хабарлари. – 2026. – № 2.
6. Умарксонов Х.В., Исроилова Х.В. Фарғона водийсини тоғли ҳудудида ўсувчи Mogoltavia sewerzowii ўсимлиги флавоноидлари // «Tabiiy fanlar sohasida zamonaviy ilmiy tadqiqotlar natijalari va ularning ahamiyati» mavzusidagi xalqaro ilmiy-amaliy konferensiya materiallari. – 2026.
7. Ходжаева Н.Т., Умарксонов Х.В. Фитохимическое изучение Mogoltavia sewerzowii: современное состояние и перспективы // Фармацевтический вестник Узбекистана. – 2024. – № 1. – С. 45–52.
8. Aktay G. et al. Fatty acid profiles of Apiaceae seed oils from Turkey // Biochemical Systematics and Ecology. – 2024. – T. 114. – Art. 104820.
9. Canani R.B., Di Costanzo M., Leone L. et al. Potential beneficial effects of butyrate in intestinal and extraintestinal diseases // World Journal of Gastroenterology. – 2011. – T. 17, № 12. – P. 1519–1528.
10. Djuricic I., Calder P.C. Pros and Cons of Long-Chain Omega-3 Polyunsaturated Fatty Acids in Cardiovascular Health // Annual Review of Pharmacology and Toxicology. – 2023. – T. 63. – P. 383–406. – DOI: 10.1146/annurev-pharmtox-051921-090208.
11. Guil-Guerrero J.L., Gómez-Mercado F., García-Maroto F., Campra-Madrid P. Occurrence and characterization of oils rich in γ-linolenic acid: Part I: Echium seeds from Macaronesia // Phytochemistry. – 2000. – T. 53, № 4. – P. 451–456.
12. Gunstone F.D. Fatty Acid and Lipid Chemistry. P. 5–7. – New York: Springer, 2013.

13. Hajib A., El Harkaoui S., Choukri H. et al. Apiaceae Family an Important Source of Petroselinic Fatty Acid: Abundance, Biosynthesis, Chemistry, and Biological Proprieties // Biomolecules. – 2023. – T. 13, № 11. – Art. 1675.
14. Harwood J.L., Guschina I.A. The versatility of plant membrane lipids // Biochimica et Biophysica Acta. – 2009. – T. 1788. – P. 609–620.
15. Konopka I. Tańska M., Dąbrowski G. et al. Edible Oils from Selected Unconventional Sources–A Comprehensive Review of Fatty Acid Composition and Phytochemicals Content // Applied Sciences. – 2023. – T. 13, № 23. – Art. 12829.
16. Louis P., Flint H.J. Formation of propionate and butyrate by the human colonic microbiota // Environmental Microbiology. – 2017. – T. 19, № 1. – P. 29–41.
17. Sayed-Ahmad B., Talou T., Saad Z. et al. The Apiaceae: Ethnomedicinal family as source for industrial uses // Industrial Crops and Products. – 2017. – T. 109. – P. 661–671. – DOI: 10.1016/j.indcrop.2017.09.027.
18. Swinkels D., Baes M. The essential role of docosahexaenoic acid and its derivatives for retinal integrity // Pharmacology & Therapeutics. – 2023. – T. 247. – Art. 108440. – DOI: 10.1016/j.pharmthera.2023.108440.
19. Viau M., Meynier A., Lopez C. et al. Gas Chromatography Analysis of Fatty Acid Derivatives // Multidimensional Characterization of Dietary Lipids. – New York: Springer US, 2024. – P. 67–76. – DOI: 10.1007/978-1-0716-3758-6_6.
20. Znati M., Ben Jannet H., Cazaux S., Bouajila J. Chemical composition, biological activities and antioxidant potential of essential oils and fatty acids of some Apiaceae species // Industrial Crops and Products. – 2014. – T. 55. – P. 229–235.

References

1. Askarov I.R. Tabobat komusi. S. 1001–1008. – Tashkent: Mumtoz sўz, 2019 (In Russ.)
2. Molchanova O.V., Shelepova O.V. Zhirnokislotnyj sostav semyan nekotorykh vidov semejstva Apiaceae flory Uzbekistana // Khimiya prirodnykh soedinenij. – 2022. – No. 4. – S. 512–516 (In Russ.)
3. Rakhimov D.A., Saidkhodzhaeva M.M. Lipidnyj sostav semyan endemichnykh rastenij Tsentral'noj Azii // Uzbekskij biologicheskij zhurnal. – 2023. – No. 2. – S. 34–40 (In Russ.)
4. Umarksonov Kh.V., Isroilova Kh.V. Khўzhaeva N.T., Khўzhaev V.U. Mogoltavia sewerzowii (Regel) Korovin ўsimligi tarkibidagi suvda erijdigan vitaminlar // QўқonDU. Ilmij khabarlar. – 2026. – No. 1 (In Russ.)
5. Umarksonov Kh.V., Isroilova Kh.V. Khўzhaeva N.T., Khўzhaev V.U. Mogoltavia sewerzowii ўsimligi flavonoidlari // FarDU. Ilmij khabarlari. – 2026. – No. 2 (In Russ.)
6. Umarksonov Kh.V., Isroilova Kh.V. Farғona vodijsini toғli ҳududida ўsuvchi Mogoltavia sewerzowii ўsimligi flavonoidlari // «Tabiiy fanlar sohasida zamonaviy ilmiy tadqiqotlar natijalari va ularning ahamiyati» mavzusidagi xalqaro ilmiy-amaliy konferensiya materiallari. – 2026 (In Russ.)

7. Khodzhaeva N.T., Umarksonov Kh.V. Fitokhimicheskoe izuchenie Mogoltavia sewerzowii: sovremennoe sostoyanie i perspektivy // Farmatsevticheskij vestnik Uzbekistana. – 2024. – No. 1. – S. 45–52 (In Russ.)
8. Aktay G. et al. Fatty acid profiles of Apiaceae seed oils from Turkey // Biochemical Systematics and Ecology. – 2024. – Vol. 114. – Art. 104820.
9. Canani R.B., Di Costanzo M., Leone L. et al. Potential beneficial effects of butyrate in intestinal and extraintestinal diseases // World Journal of Gastroenterology. – 2011. – Vol. 17, No. 12. – P. 1519–1528.
10. Djuricic I., Calder P.C. Pros and Cons of Long-Chain Omega-3 Polyunsaturated Fatty Acids in Cardiovascular Health // Annual Review of Pharmacology and Toxicology. – 2023. – Vol. 63. – P. 383–406. – DOI: 10.1146/annurev-pharmtox-051921-090208.
11. Guil-Guerrero J.L., Gómez-Mercado F., García-Maroto F., Campra-Madrid P. Occurrence and characterization of oils rich in γ-linolenic acid: Part I: Echium seeds from Macaronesia // Phytochemistry. – 2000. – Vol. 53, No. 4. – P. 451–456.
12. Gunstone F.D. Fatty Acid and Lipid Chemistry. P. 5–7. – New York: Springer, 2013.
13. Hajib A., El Harkaoui S., Choukri H. et al. Apiaceae Family an Important Source of Petroselinic Fatty Acid: Abundance, Biosynthesis, Chemistry, and Biological Proprieties // Biomolecules. – 2023. – Vol. 13, No. 11. – Art. 1675.
14. Harwood J.L., Guschina I.A. The versatility of plant membrane lipids // Biochimica et Biophysica Acta. – 2009. – Vol. 1788. – P. 609–620.
15. Konopka I. Tańska M., Dąbrowski G. et al. Edible Oils from Selected Unconventional Sources–A Comprehensive Review of Fatty Acid Composition and Phytochemicals Content // Applied Sciences. – 2023. – Vol. 13, No. 23. – Art. 12829.
16. Louis P., Flint H.J. Formation of propionate and butyrate by the human colonic microbiota // Environmental Microbiology. – 2017. – Vol. 19, No. 1. – P. 29–41.
17. Sayed-Ahmad B., Talou T., Saad Z. et al. The Apiaceae: Ethnomedicinal family as source for industrial uses // Industrial Crops and Products. – 2017. – Vol. 109. – P. 661–671. – DOI: 10.1016/j.indcrop.2017.09.027.
18. Swinkels D., Baes M. The essential role of docosahexaenoic acid and its derivatives for retinal integrity // Pharmacology & Therapeutics. – 2023. – Vol. 247. – Art. 108440. – DOI: 10.1016/j.pharmthera.2023.108440.
19. Viau M., Meynier A., Lopez C. et al. Gas Chromatography Analysis of Fatty Acid Derivatives // Multidimensional Characterization of Dietary Lipids. – New York: Springer US, 2024. – P. 67–76. – DOI: 10.1007/978-1-0716-3758-6_6.
20. Znati M., Ben Jannet H., Cazaux S., Bouajila J. Chemical composition, biological activities and antioxidant potential of essential oils and fatty acids of some Apiaceae species // Industrial Crops and Products. – 2014. – Vol. 55. – P. 229–235.

ХИМИЯ ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ И ПОЛИМЕРЫ

Статья поступила в редакцию: 26.09.2026
Статья принята к публикации: 02.10.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 532.135:678.01

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23497

Реологические свойства растворов натрий-карбоксиметилцеллюлозы в водно-этанольной среде и влияние биоактивных компонентов

Вахобжонов Анваржон Акрамжон угли
мл. науч. сотр
Института химии и физики полимеров АН РУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: anvarvahobjanov1999@gmail.com

Шукуров Акобирхон Ибодулло угли
PhD
техн. наук Института химии и физики полимеров АН РУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: shukuroov@gmail.com

Rheological properties of sodium carboxymethylcellulose solutions in water-ethanol media and the effect of bioactive components

Vahobjonov Anvarjon
Junior researcher of Institute of Polymer Chemistry and Physics ASc RUz
Uzbekistan, Tashkent

Shukurov Akobirkhon
PhD of Institute of Polymer Chemistry and Physics ASc RUz
Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

Исследовано влияние состава водно-этанольной среды, прополиса и мометазона фуроата на реологические свойства 2 %-ных растворов натрий-карбоксиметилцеллюлозы (Na-КМЦ). Реологическое поведение исследуемых систем оценивали методом ротационной реометрии в режимах определения вязкости, амплитудного и частотного сканирования. Установлено, что все растворы Na-КМЦ проявляли псевдопластическое течение: с увеличением скорости сдвига вязкость снижалась. При повышении содержания этанола

Библиографическое описание: Вахобжонов А.А.У., Шукуров А.И.У. Реологические свойства растворов натрий-карбоксиметилцеллюлозы в водно-этанольной среде и влияние биоактивных компонентов // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23497

вязкость растворов возрастала, причём наиболее выраженные изменения наблюдались при высоких концентрациях этанола, что сопровождалось усилением структурированности полимерной системы. Амплитудное сканирование показало сохранение линейной вязкоупругой области при низких деформациях, что позволило определить условия для последующего частотного анализа. Во всём исследованном диапазоне частот модуль накопления (G′) превышал модуль потерь (G″), а значения tan δ оставались ниже единицы, указывая на преобладание упругой составляющей и выраженный вязкоупругий характер систем. Введение 10 % прополиса приводило к повышению G′ и G″ относительно исходной Na-КМЦ, тогда как добавление 80 мг мометазона фуроата сопровождалось снижением обоих модулей. В комбинированной системе совместное присутствие прополиса и мометазона фуроата изменяло соотношение вязкой и упругой составляющих по сравнению с системами, содержащими отдельные компоненты. Полученные результаты показывают, что изменение состава растворяющей среды и введение биоактивных компонентов позволяют существенно регулировать структурно-вязкоупругое состояние растворов Na-КМЦ.

Abstract

The effects of water–ethanol composition, propolis, and mometasone furoate on the rheological properties of 2 % sodium carboxymethylcellulose (Na-CMC) solutions were investigated. The rheological behavior of the systems was evaluated using rotational rheometry in viscosity, amplitude sweep, and frequency sweep modes. All Na-CMC solutions exhibited pseudoplastic flow, with viscosity decreasing as the shear rate increased. Increasing the ethanol content resulted in higher solution viscosity, with the most pronounced changes observed at higher ethanol concentrations, indicating increased structuring of the polymer system. Amplitude sweep measurements demonstrated the presence of a linear viscoelastic region at low deformation, which was used to establish the conditions for subsequent frequency analysis. Throughout the investigated frequency range, the storage modulus (G′) exceeded the loss modulus (G″), while tan δ values remained below unity, indicating the predominance of the elastic component and pronounced viscoelastic behavior. The incorporation of 10 % propolis increased both G′ and G″ compared with the initial Na-CMC system, whereas the addition of 80 mg mometasone furoate resulted in a decrease in both moduli. In the combined system, the simultaneous presence of propolis and mometasone furoate altered the balance between the viscous and elastic components compared with systems containing individual components. These results demonstrate that variation of the solvent composition and incorporation of bioactive components can substantially regulate the structural and viscoelastic state of Na-CMC solutions.

Ключевые слова: натрий-карбоксиметилцеллюлоза, реологические свойства, водно-этанольная среда, вязкость, вязкоупругость, прополис, мометазона фуроат, структурообразование.

Keywords: sodium carboxymethylcellulose, rheological properties, water–ethanol medium, viscosity, viscoelasticity, propolis, mometasone furoate, structure formation.

Введение

Аппликационные лекарственные формы, предназначенные для непосредственной доставки лекарственных веществ к слизистой оболочке полости рта, являются перспективным подходом к местной терапии. В этом контексте полимерные лекарственные плёнки привлекают внимание благодаря удобству применения, эластичности и возможности доставки активных веществ для местного или системного действия [2, 9, 11]. Функциональные характеристики таких плёнок, включая механическую прочность, эластичность, деформируемость и взаимодействие со слизистой оболочкой, во многом зависят от состава и структурного состояния полимерной матрицы [4]. Натрий-карбоксиметилцеллюлоза (Na-КМЦ) является перспективным полимером для получения лекарственных плёнок благодаря водорастворимости, способности формировать вязкие растворы и плёнкообразующей способности. Наряду с молекулярными характеристиками и концентрацией полимера, состав растворяющей среды может существенно влиять на текучесть и вязкоупругие свойства растворов Na-КМЦ [3, 5]. В частности, показано, что реологические свойства растворов Na-КМЦ в различных системах многоатомный спирт–вода зависят от природы растворителя и структурных параметров полимера [10]. Это имеет важное значение для установления взаимосвязи между исходным структурным состоянием раствора и процессом формирования плёнки.

Водно-этанольные смеси могут использоваться в качестве растворяющей среды в фармацевтических плёнкообразующих системах, при этом изменение содержания этанола способно влиять на взаимодействия полимер–растворитель и полимер–полимер. В результате могут изменяться состояние макромолекулярных цепей в растворе, его вязкость и вязкоупругие свойства. Такие изменения, в свою очередь, могут влиять на перестройку полимерных цепей в процессе высушивания и, следовательно, на механические свойства сформированной плёнки. Поэтому оценка реологического состояния раствора как исходного структурного показателя плёнкообразующей системы имеет важное значение [8,7].

Дополнительные компоненты, вводимые в состав плёнки, также играют важную роль в формировании её конечных свойств. Пластификаторы, такие как глицерин, могут изменять межмолекулярные взаимодействия между полимерными цепями и тем самым влиять на эластичность и деформируемость плёнки [1]. Введение прополиса как природного биоактивного компонента не только расширяет функциональный состав плёнки, но и может влиять на структурные характеристики полимерной матрицы. В свою очередь, содержание такого активного фармацевтического ингредиента, как мометазона фуроат, изменяет соотношение компонентов в полимерной матрице и может отражаться на механических свойствах плёнки.

Состав, механические и мукоадгезивные свойства лекарственных плёнок на основе Na-КМЦ и других гидрофильных полимеров достаточно широко исследованы [6,12]. Однако взаимосвязь между реологическим состоянием плёнкообразующего раствора Na-КМЦ и механическими свойствами сформированной плёнки, особенно влияние состава водно-этанольной среды на эту взаимосвязь, остаётся недостаточно систематически изученной. В связи с этим использование реологических параметров в качестве критерия оценки структурного состояния плёнкообразующей системы и выбора её состава представляет

научный и практический интерес. Целью настоящего исследования являлась оценка влияния состава водно-этанольной среды, а также глицерина, прополиса и мометазона фуроата на реологические свойства 2 %-ных растворов Na-КМЦ.

Материалы и методы

В качестве водорастворимого плёнкообразующего полимера использовали натриевую соль карбоксиметилцеллюлозы (Na-КМЦ), приобретённую у компании Aladdin Chemical (Китай). Используемая Na-КМЦ характеризовалась степенью замещения (DS) 1,2 и средней молекулярной массой (Mr) около 250 кДа. В качестве биологически активного компонента использовали экстракт прополиса (DENTAFIL PLYUS MChJ, Узбекистан). Мометазона фуроат был приобретён у компании AARTI INDUSTRIES LIMITED (Индия). Этанол и дистиллированную воду использовали в качестве компонентов растворяющей среды.

Для исследования реологических свойств Na-КМЦ готовили 2 %-ные растворы полимера в водно-этанольных средах с содержанием этанола 0 – 50 об.%. После 4 ч гидратации растворы центрифугировали при 12 000 об/мин в течение 15 мин, а для дальнейших исследований использовали надо садочную жидкость.

Для получения лекарственных плёнок прополис и мометазона фуроат предварительно растворяли в 94 %-ном этаноле и последовательно вводили в полимерную систему при перемешивании с дополнительной ультразвуковой обработкой. Содержание прополиса составляло 5 – 10 %, мометазона фуроата – 0,01 – 0,1 %. Реологические свойства растворов Na-КМЦ исследовали на ротационном реометре Anton Paar MCR 92 (Австрия) с использованием цилиндрической измерительной системы при контролируемой температуре (±0,1 °C). Исследования проводили в ротационном и осцилляционном режимах с регистрацией напряжения сдвига (τ) в зависимости от скорости сдвига (γ). Согласно спецификациям производителя, относительная погрешность измерения вязкости не превышает ±1 %, а точность определения напряжения сдвига составляет ±0,5–1 %. Повторные измерения отдельных экспериментальных точек не проводились, поэтому статистическая оценка экспериментальной погрешности не выполнялась.

Результаты и обсуждение

На первом этапе исследования с целью оценки поведения Na-КМЦ в водно-этанольных средах и его реологических характеристик были приготовлены 2 %-ные растворы полимера в водно-этанольных смесях различного состава. Для полученных растворов определяли изменение динамической вязкости в зависимости от скорости сдвига. Полученные результаты показали, что все исследованные системы обладают неньютоновским характером течения и характеризуются зависимостью вязкости от скорости сдвига. Результаты исследования представлены на рис. 1.

Как видно из рис. 1, с увеличением скорости сдвига вязкость всех растворов Na-КМЦ снижается, что характерно для псевдопластического течения. Это связано с ориентацией макромолекулярных цепей и частичным разрушением межмолекулярных взаимодействий при повышении скорости сдвига.

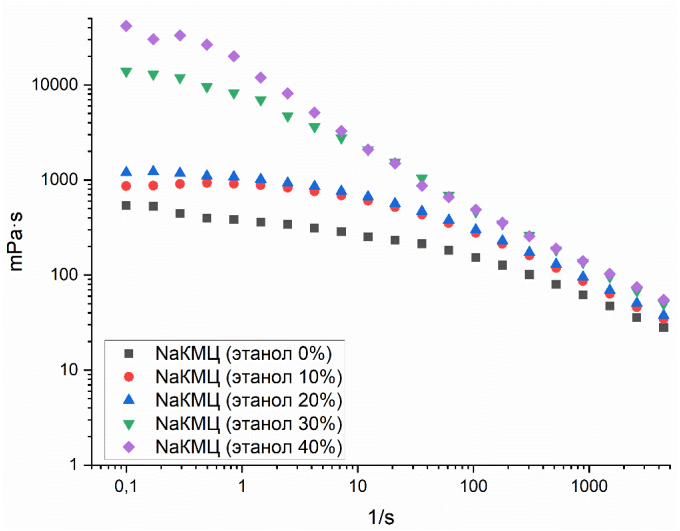


Рисунок 1. Изменение вязкости растворов Na-КМЦ в зависимости от скорости сдвига (растворитель: водно-этанольные смеси различного состава)

На основе области линейной вязкоупругости, установленной при амплитудном сканировании, проведён частотный анализ при постоянной деформации. Изменение модулей накопления (G′) и потерь (G″) в зависимости от частоты использовали для оценки динамических вязкоупругих свойств и структурной стабильности полимерных систем (рис. 2).

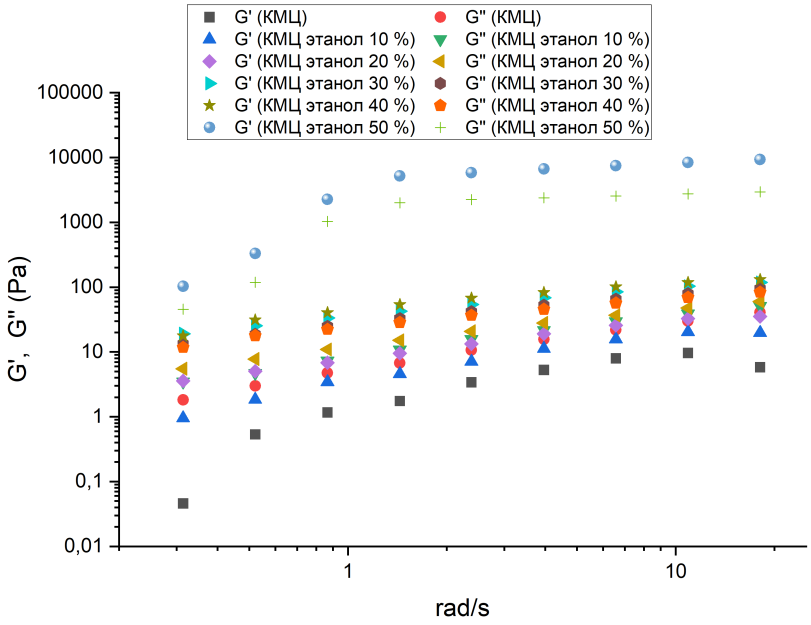


Рисунок 2. Реологические свойства 2 %-ных растворов Na-КМЦ в режиме частотного сканирования (растворитель - водно-этанольные смеси различного состава)

С увеличением содержания этанола значения G′ и G″ постепенно возрастали, особенно при 40–50 % этанола, что, вероятно, связано с усилением межцепочечных взаимодействий и формированием более плотной структуры Na-КМЦ. Максимальное значение G′ при 50 % этанола свидетельствовало об усилении упругой и гелеподобной составляющих системы. При 10–20 % этанола оба модуля оставались относительно низкими, указывая на менее выраженное структурирование.

Таким образом, содержание этанола существенно влияет на вязкоупругое состояние растворов Na-КМЦ. Для оценки влияния биоактивных компонентов были исследованы четыре состава: чистая Na-КМЦ, Na-КМЦ-П, Na-КМЦ-МФ и Na-КМЦ-МФ-П. Это позволило сравнить раздельное и совместное влияние прополиса и мометазона фуроата на реологическое поведение системы (рис. 4).

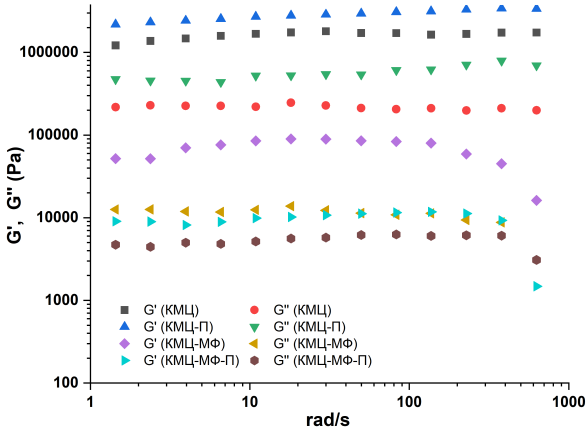


Рисунок 3. Реологические свойства растворов на основе Na-КМЦ (зависимость модулей накопления (G') и потерь (G'') от частоты): КМЦ-МФ (0,1 % МФ); КМЦ-П (10% П); КМЦ- МФ -П (0,1% МФ + 10% П)

На рис. 3 представлены результаты частотного сканирования растворов Na-КМЦ различного состава. Для всех систем G′ превышал G″ во всём исследованном диапазоне частот, что указывает на преобладание упругой и выраженную гелеподобную составляющую системы. Слабая зависимость модулей от частоты свидетельствует об устойчивой внутренней структуре, обусловленной переплетением макромолекул и межмолекулярными взаимодействиями. Введение прополиса приводило к увеличению G′ и G″, вероятно, вследствие усиления взаимодействий с макромолекулами Na-КМЦ. В присутствии мометазона фуроата значения модулей снижались, что может быть связано с его гидрофобным характером и ослаблением полимерных взаимодействий. В комбинированной системе Na-КМЦ-МФ-П наблюдалась более сложная динамика модулей, указывающая на перестройку внутренней структуры под совместным влиянием компонентов.

Для дальнейшего анализа зависимости G′, G″ и tan δ от угловой частоты (рис. 4) исследования проводили для систем с максимальным содержанием компонентов – 80 мг мометазона фуроата и 10 % прополиса.

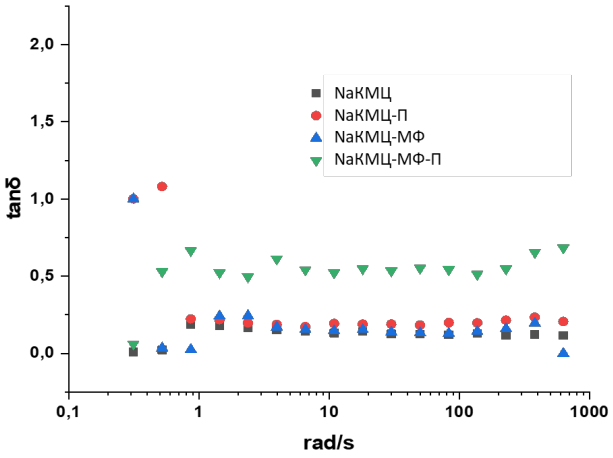


Рисунок 4. Реологические свойства растворов на основе Na-КМЦ (зависимость тангенса угла механических потерь (tan δ) от частоты) КМЦ-МФ (0,1 % МФ); КМЦ-П (10% П); КМЦ- МФ -П (0,1% МФ + 10% П)

На рис. 4 представлена зависимость tan δ от угловой частоты для исследованных систем на основе Na-КМЦ. Значения tan δ < 1 во всём диапазоне подтверждают преобладание упругой составляющей (G′ > G″), а их слабая зависимость от частоты указывает на сохранение характера вязкоупругого поведения системы.

Различия tan δ между составами отражают изменение соотношения упругой и вязкой составляющих под влиянием прополиса и мометазона фуроата. Анализ tan δ дополняет данные G′ и G″ и позволяет оценить вклад компонентов в формирование вязкоупругой структуры Na-КМЦ.

Выводы

Установлено, что содержание этанола существенно влияет на реологическое поведение растворов Na-КМЦ, повышая их вязкость и степень структурированности. Все системы характеризовались псевдопластическим течением, а G′ > G″ указывало на преобладание упругой составляющей. Прополис повышал значения G′ и G″, тогда как мометазона фуроат снижал их. Полученные результаты показывают, что реологические параметры позволяют оценивать влияние состава на структурно-вязкоупругое состояние систем на основе Na-КМЦ.

Список литературы

1. Chalah K., Benmounah A., Mahdad M., Kheribet R. Rheological study of sodium carboxymethylcellulose: Effect of concentration and molecular weight // Materials Today: Proceedings. – 2022. – T. 53. – P. 185–190. – DOI: 10.1016/j.matpr.2021.12.502.
2. Gilhotra R.M., Ikram M., Srivastava S., Gilhotra N. A clinical perspective on mucoadhesive buccal drug delivery systems // Journal of Biomedical Research. – 2014. – T. 28, № 2. – P. 81–97. – DOI: 10.7555/JBR.27.20120136.
3. Javanbakht S., Shaabani A. Carboxymethyl cellulose-based oral delivery systems // International Journal of Biological Macromolecules. – 2019. – DOI: 10.1016/j.ijbiomac. 2019.04.079.

4. Kallawala U., Patel S., Shah Y., Tinwala H., Patel Z., Patel R. Mucoadhesive buccal films: Enhancing drug delivery through mucosal surfaces // World Journal of Pharmaceutical Sciences and Research. – 2025. – T. 4, № 4. – P. 968–989. – DOI: 10.5281/zenodo.17122471.
5. Kallawala U., Patel S., Shah Y., Tinwala H., Patel Z., Patel R. Mucoadhesive buccal films: Enhancing drug delivery through mucosal surfaces // World Journal of Pharmaceutical Sciences and Research. – 2025. – T. 4, № 4. – P. 968–989. – DOI: 10.5281/zenodo.17122471.
6. Koldarova E.V., Sidikov A.A., Mukhamedov B.I., Mukhamedov I.M., Sarymsakov A.A., Shukurov A.I. et al. Development and application of a multicomponent film biocoating based on sodium carboxymethylcellulose to study the antibacterial activity of microflora in the oral fluid of patients with pemphigus vulgaris in vitro // Russian Journal of Skin and Venereal Diseases. – 2025. – T. 28, № 1. – P. 63–74. – DOI: 10.17816/dv640799.
7. Lopez C.G. et al. Structure of sodium carboxymethyl cellulose aqueous solutions: A SANS and rheology study // Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics. – 2015. – T. 53. – P. 492–501. – DOI: 10.1002/polb.23657.
8. Mattsson K.J.L. et al. Characterization of sodium carboxymethyl cellulose aqueous solutions to support complex product formulation: A rheology and light scattering study // ACS Applied Polymer Materials. – 2019. – T. 1, № 3. – P. 344–358. – DOI: 10.1021/acsapm.8b00110.
9. Mauceri M.E., Coppini M., De Caro V., Di Prima G., Mauceri R., Panzarella V. et al. Mucoadhesive drug delivery systems for oral chronic inflammatory mucosal diseases: The future is already present. A systematic review // Oral Diseases. – 2026. – T. 32, № 1. – P. 25–36. – DOI: 10.1111/odi.70042.
10. Mauceri M.E., Coppini M., De Caro V., Di Prima G., Mauceri R., Panzarella V. et al. Mucoadhesive drug delivery systems for oral chronic inflammatory mucosal diseases: The future is already present. A systematic review // Oral Diseases. – 2026. – T. 32, № 1. – P. 25–36. – DOI: 10.1111/odi.70042.
11. Shipp L., Liu F., Kerai-Varsani L., Okwuosa T.C. Buccal films: A review of therapeutic opportunities, formulations & relevant evaluation approaches // Journal of Controlled Release. – 2022. – T. 352. – P. 1071–1092. – DOI: 10.1016/j.jconrel.2022.10.058.
12. Yunusov K.E., Sarymsakov A.A., Shukurov A.I., Todjiyev J.N., Atakhanov A.A., Jiang G. et al. Sodium-carboxymethylcellulose/polyphenol-gossypol-carboxymethylcellulose copolymer films for ocular drug delivery: Preparation and physico-chemical properties // Asian Journal of Chemistry. – 2022. – T. 34, № 12. – P. 3085–3092. – DOI: 10.14233/ajchem.2022.23912.

Статья поступила в редакцию: 23.09.2026
Статья принята к публикации: 30.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 678.742.2:543.422.3 – 74

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23485

Уточнение надмолекулярной структуры полиэтилена по данным ИК-Фурье спектров ножничных колебаний метиленовых групп в диапазоне 1461–1474 см$^{-1}$

Деев Илья Алексеевич
независимый исследователь
Российская Федерация, г. Екатеринбург
E-mail: chemist789@gmail.com

Refinement of the supramolecular structure of polyethylene using FTIR spectra of methylene group scissoring vibrations in the range of 1461–1474 cm^{-1}

Deev Ilya Alekseevich
Independent researcher
Russia, Ekaterinburg

Аннотация

Цель данной статьи заключалась в выявлении шести полос ножничных колебаний метиленовых групп полиэтилена, установлении связи шести полос ножничных колебаний с надмолекулярной структурой (НМС) полиэтилена (ПЭ), подтверждении этой связи на широком диапазоне промышленных типов полиэтилена. Методология состояла из подготовки образцов ПЭ, измерения плотности и энтальпии плавления образцов, получения различных ИК-Фурье спектров с каждого образца ПЭ, разделения методом деконволюции шести близких полос ножничных колебаний в диапазоне 1461–1474 см$^{-1}$, дальнейшей итерационной подгонки пиков к коэффициенту детерминации $R^2 \geq 0{,}99$, описания результатов расчёта непараметрической статистикой. По результатам работы показано сопоставление литературных данных о НМС ПЭ с 6 полосами ножничных колебаний, три полосы из которых отнесены к кристаллическим областям и три – к некристаллическим. По данным ИК-Фурье спектроскопии установлено, что увеличение доли этильных ответвлений с 23 % до 93 % и уменьшение доли ответвлений длиннее этильных с 68 % до 5 % от ПЭ низкой плотности до ПЭ высокой плотности привело к увеличению доли фибриллярной области с 34,1 % до 41,4 %. Показано, что значительное превышение молекулярной массы для сверхвысокомолекулярного ПЭ (по литературным данным в 25–40 раз) над ПЭ высокой плотности привело к понижению доли фибриллярной области с 41,4 % до 37,7 %. Показано

Библиографическое описание: Деев И.А. Уточнение надмолекулярной структуры полиэтилена по данным ИК-Фурье спектров ножничных колебаний метиленовых групп в диапазоне 1461–1474 см⁻¹ // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23485

понижение доли фибриллярной области до 36,8 % при наполнении техническим углеродом (2,0–2,5 % мас.) для промышленной марки ПЭ высокой плотности. Показано увеличение доли фибриллярной области до 46,6 % при увеличении и фиксировании деформации кристаллизующегося расплава ПЭ высокой плотности. Показана линейная зависимость (R^2 = 0,99) между долей ИК-полос фибриллярной области, плотностью и энтальпией плавления для немодифицированных образцов.

Abstract

The objective of this article was to identify six methylene scissoring bands of polyethylene, establish the relationship between these six scissoring bands and the supramolecular structure (SMS) of polyethylene (PE), and validate this relationship across a wide range of industrial PE types. The methodology consisted of PE sample preparation, measurement of sample density and enthalpy of fusion, acquisition of various FTIR spectra for each PE sample, deconvolution separation of six closely spaced scissoring bands in the 1461–1474 cm^{-1} range, subsequent iterative peak fitting to a coefficient of determination $R^2 \geq 0.99$ and describing the calculation results using non-parametric statistics. Based on the results of the work, a comparison of literature data on the SMS of PE with the six scissoring bands is presented, with three bands assigned to crystalline regions and three to non-crystalline ones. FTIR spectroscopy data revealed that an increase in the fraction of ethyl branches from 23 % to 93 % and a decrease in the fraction of branches longer than ethyl from 68 % to 5 % from low-density PE to high-density PE led to an increase in the fibrillar region fraction from 34.1 % to 41.4 %. It was shown that a significant excess in molecular weight for ultra-high-molecular-weight PE (by 25–40 times according to literature data) compared to high-density PE resulted in a decrease in the fibrillar region fraction from 41.4 % to 37.7 %. A decrease in the fibrillar region fraction to 36.8 % was demonstrated when an industrial grade of high-density PE was filled with carbon black (2.0–2.5 wt.%). An increase in the fibrillar region fraction to 46.6 % was observed when the plastic deformation of a crystallizing high-density PE melt was increased and fixed. A linear relationship ($R^2 = 0.99$) was established between the fibrillar region IR-bands fraction, density, and enthalpy of fusion for unmodified samples.

Ключевые слова: ИК-Фурье спектроскопия, полиэтилен, ножничные колебания, надмолекулярная структура, деконволюция, полиморфизм.

Keywords: FTIR spectroscopy, polyethylene, scissoring vibrations, supramolecular structure, deconvolution, polymorphism.

Благодарность

Автор выражает благодарность заведующему лаборатории «Комплексных исследований и экспертной оценки органических материалов» ЦКП УрФУ Ельцову О.С. за предоставленный доступ к научному оборудованию.

Acknowledgments

The author expresses gratitude to O.S. Eltsov, Head of the Laboratory for Complex Research and Expert Evaluation of Organic Materials at the Ural Federal University (UrFU) Center for Collective Use, for providing access to the scientific equipment.

Введение

Среди промышленных полимеров широкое применение получил ПЭ и его производные, поэтому исследования их НМС важны для прогнозирования свойств материала. С середины прошлого века исследованию НМС ПЭ посвящено огромное количество работ [6, 14, 24, 26, 27, 30, 31] и выдвинуто большое количество моделей НМС ПЭ, начиная с бахромчатой мицеллярной модели, продолжая шиш-кебабной моделью и заканчивая ламеллярной моделью со всевозможными модификациями. Для описания данных моделей сложились отдельные направления, характеризующие НМС с разных сторон разными методами, например, ядерным магнитным резонансом (ЯМР), ИК-Фурье спектроскопией (ИКФС), рентгеноструктурным анализом (РСА), дифференциальной сканирующей калориметрией (ДСК), измерением плотности.

Различия данных методов заключаются в том, что:

1) эти методы измеряют разные параметры, косвенно связанные с содержанием надмолекулярных областей, поэтому результаты расчёта содержания надмолекулярных областей для одного и того же образца могут значительно отличаться от метода к методу, что представляет сложность объединения;

2) применяется модель НМС ПЭ, состоящая из кристаллической и аморфной областей или модель, состоящая из кристаллической, промежуточной и аморфной областей, а также не учитывается полиморфизм ПЭ.

В связи с этим имеет смысл сравнивать между разными методами не абсолютные результаты, а относительное изменение для нескольких образцов. Поэтому в настоящей работе рассмотрены результаты ИКФС в сравнении с результатами ДСК и измерений плотности.

Для ИК-спектроскопии пропускания (ПР) и нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) известны [32, 28] следующие варианты расчёта содержания надмолекулярных областей ПЭ с применением полос ножничных колебаний:

1) соотношением полос деформационных ножничных колебаний метиленовых групп при 1473 и 1463 $см^{-1}$;

2) соотношением полос деформационных ножничных колебаний метиленовых групп при 1473, 1467, 1463, 1458 и 1440 $см^{-1}$.

Для данных вариантов характерен недостаток, заключающийся в неполном описании НМС ПЭ.

В связи с этим актуальной задачей является более подробное описание НМС ПЭ с применением полос ножничных колебаний для ИКФС ПР и НПВО.

Цель работы заключалась в выявлении дополнительных полос ножничных колебаний метиленовых групп ПЭ, установлении связи шести полос ножничных колебаний с НМС ПЭ и согласовании изменений полос на широком диапазоне типов полиэтилена.

Материалы и методы

Экспериментальные методы и приборы представлены:

1) спектрометром ALPHA с приставкой НПВО: элемент НПВО из ZnSe, угол падения луча равен 45°, прижимное устройство с максимальной силой прижатия 200 Н (Bruker Optics, Германия). Прижимное устройство проградуировано по динамометру для оценки напряжений (σ) при прижатии образцов к элементу НПВО;

2) спектрометром ALPHA с приставкой ПР (Bruker Optics, Германия);

3) калориметром DSC823e с установленной скоростью нагрева 20 °С/мин и диапазоном нагрева 25—200 °С (Mettler Toledo, Швейцария).

4) весами ВЛ-210 (Госметр, Россия) для определения плотности ПЭ гидростатическим взвешиванием в орто-ксилоле (ТУ 38.101254-72).

Параметры съёмки на спектрометре ALPHA: разрешение 2 $см^{-1}$, фазовое разрешение 4 $см^{-1}$, фазовая коррекция Формана (Forman), средняя аподизация Нортона — Бира, показатель интерполяции (заполнения нулями) 2.

Напряжения σ составляли ≈6 МПа для гранул и цилиндра, для кристаллических *н*-алканов ≈0,5 МПа и для плёнки ≈6, ≈12, ≈24 МПа.

Исследованные образцы приведены в таблице 1, в которой:

1) ПЭНП, ПЭСП и ПЭВП — ПЭ низкой, средней и высокой плотности соответственно;

2) СВМПЭ — сверхвысокомолекулярный ПЭ;

3) ПЭВПНТУ — ПЭВП, наполненный техническим углеродом;

4) ПлF04660 — плёнка из ПЭВП F04660;

5) ρ — плотность образцов ПЭ; ΔH — энтальпия плавления образцов ПЭ.

Таблица 1.

Исследованные образцы

Тип, марка и производитель	ρ, кг/м^3	ΔH, Дж/г
гранулы ПЭНП 15303-003 (ГОСТ 16337-77)	921 ± 2	86 ± 1
гранулы ПЭСП Borstar FB4370 (Borealis, Европа)	941 ± 2	141 ± 3
гранулы ПЭВП 273-83 (ТУ 2243-104-00203335-2005)	953 ± 2	168 ± 7
гранулы ПЭВП F04660 (SABIC, Саудовская Аравия)	962 ± 2	202 ± 7
белый цилиндр из СВМПЭ GEHR (GEHR, Германия)	938 ± 2	138 ± 6
гранулы ПЭВПНТУ 273-79 (ГОСТ 16338-85)	959 ± 2	151 ± 2
ПлF04660 толщиной 15 мкм (прессование гранул ПЭВП F04660)	950 ± 3	168 ± 11
н-гексадекан, 99,88 % (ГСО 7289-96)		
н-генэйкозан, ≥ 98 % (ТУ 6-09-1838-78)		
н-докозан, ≥ 98 % (ТУ 6-09-1841-78)		

Во всех пробах гранул и СВМПЭ срезаны внешние слои и исследованы слои, находящиеся глубже 0,1 мм от поверхности исходного образца. Глубина проникновения затухающей волны в образцы составила ≈1,5 мкм для диапазона 1474–1461 $см^{-1}$.

Для каждого образца ПЭ приготовлено 20 различных проб и получено по одному спектру поглощения (оптическая плотность А на оси ординат) с каждой пробы в диапазоне 3600–600 $см^{-1}$. Каждый спектр состоял из 1 сканирования.

Для оценки количества ответвлений сняты спектры ПР с полиэтиленовых таблеток, запрессованных в прессформе при 220 °С и 10 МПа в течение 10 минут. Толщина таблеток составила 2,0–2,8 мм для ПЭНП 15303-003, 2,3–3,2 мм для ПЭСП Borstar FB4370, 0,5–0,7 мм для ПЭВП 273 – 83, 0,6–0,9 мм для ПЭВП F04660 и 2,7–3,8 мм для СВМПЭ GEHR. Такая толщина объясняется очень слабым поглощением полос концевых групп в диапазоне 875–980 $см^{-1}$.

Пробы ПлF04660 получены прессованием одной четвёртой части гранул ПЭВП F04660 в прессформе при 220 °С и 50–60 МПа в течение 10 минут. Остывание прессформы под давлением длилось 10 минут. Отсутствие окисления проверено по отсутствию полосы карбонильных групп при 1720 $см^{-1}$.

Итоговые спектры в программе «OPUS 6.5» не подвергались программной обработке, кроме построения базовой линии от 1400 к 1500 $см^{-1}$. Коррекция НПВО (Extended ATR correction) в программе «OPUS 6.5» не проводилась по причине искажения спектра [13].

Разделение и подгонка полос в диапазоне 1400–1500 $см^{-1}$ произведены в программе «Peakfit 4.12» методом деконволюции и методом итерационной подгонки формы полос к форме спектра. Настройки программы «Peakfit 4.12»: Baseline = Linear Progressive, Tol = 1 %, Width = 3 $см^{-1}$ (FWHM), Filter = 50 %, Peak Type = Spectroscopy Voigt Area, AutoScan Amp = 3 %, Constrain Parameters: a_0 = 10 %, a_1 = 1 %, a_2 = 10 %, a_3 = 10 %. Подгонка полос заканчивается при достижении коэффициента детерминации $R^2 \geq 0{,}99$ [22].

Влияние неоднородности образцов ПЭ, влияние разрезания образцов и влияние прижатия образцов к элементу НПВО отдельно не оценивались. Всё совокупное влияние оценено непараметрической статистикой, состоящей из квартилей (первый (Q1), медиана (Me), третий (Q3)) и 95 % доверительного процентильного интервала (95 % ДИ) для Me, сгенерированного по 2000 выборкам методом бутстрэпа (bootstrap) с коррекцией смещения и ускорения в программе «IBM SPSS Statistics 27».

Результаты и обсуждение

Из литературы для настоящей статьи подобрана шиш-кебабная модель, описанная Пеннингсом, Линденмейером и Келлером [24, 26, 27, 31, 15, 18, 23]. Поскольку шиш-кебабная модель является наиболее обобщенной моделью, включающей все остальные существующие частные модели, то можно назвать исследуемую модель общей моделью типа шиш-кебаб.

На рис. 1 представлена схематичная модель НМС ПЭ, которая основана на:

- общей модели типа шиш-кебаб;
- трёх модификациях кристаллических ячеек;
- расчётном коэффициенте упаковки (k) трёх модификаций;
- химическом сдвиге (δ) трёх модификаций кристаллических ячеек;
- полосах ножничных колебаний метиленовых групп.

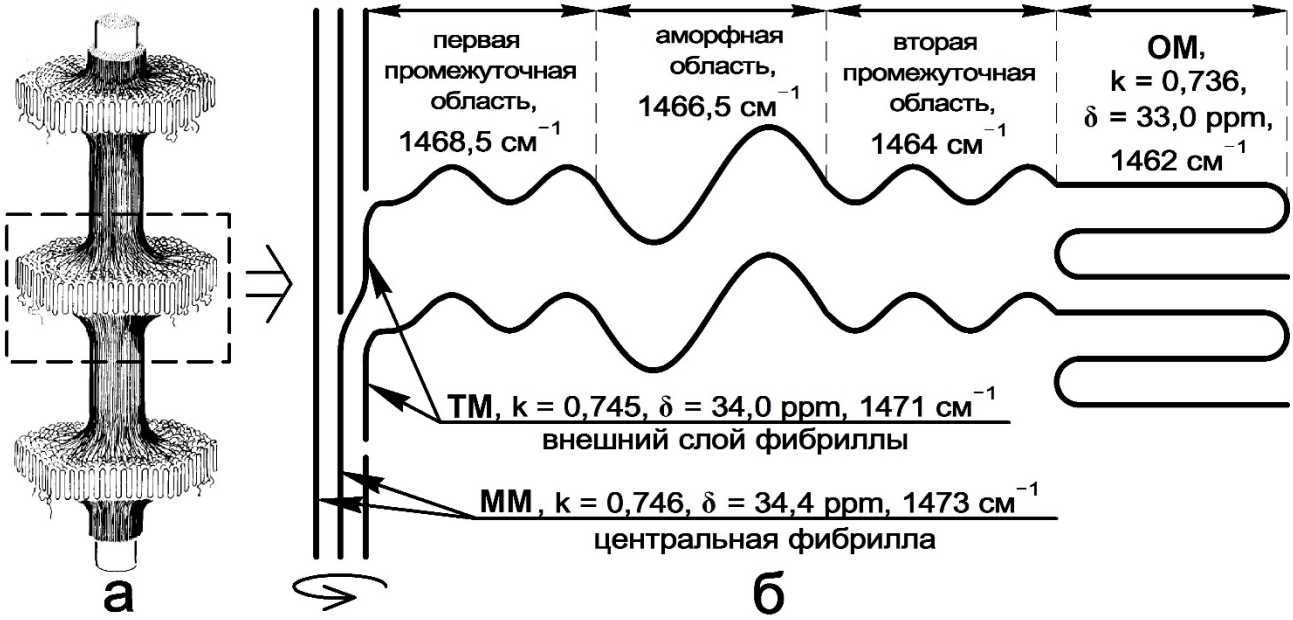


Рисунок 1. Схематичное изображение НМС ПЭ: а) шиш-кебабы б) разрез шиш-кебабов

По литературным данным [1, 19, 20] ПЭ может содержать ячейки четырёх модификаций: моноклинной (ММ), триклинной (ТМ), орторомбической (ОМ) и гексагональной. Последняя модификация появляется при ≈215 °С и ≈330 МПа, поэтому для настоящей работы интересны первые три модификации.

С применением данных РСА для идеальных кристаллов ПЭ рассчитаны [1] значения k: для ММ 0,746, для ТМ 0,745, для ОМ 0,736. В литературе по твердотельному ЯМР ^{13}C [29, 16] указано, что ПЭ может содержать ячейки ММ с δ = 34,4 ppm, ячейки ТМ с δ = 34,0 ppm, ячейки ОМ с δ = 33,0 ppm. Такая последовательность указывает на то, что чем плотнее упакована ячейка, тем сильнее межмолекулярное взаимодействие в ячейке, тем сильнее понижается симметрия электронного распределения ячейки и тем больше δ.

В данной статье предложена более подробная идентификация полос ножничных колебаний метиленовых групп ПЭ, чем известные варианты с использованием полос при 1473, 1467 и 1463 $см^{-1}$, а именно:

1) полоса при 1473 $см^{-1}$ характеризует *транс*-метиленовые цепи в центральной кристаллической и наиболее плотной (k = 0,746, δ = 34,4 ppm) фибрилле, состоящей из ячеек ММ;

2) полоса при 1471 $см^{-1}$ характеризует кристаллические *транс*-метиленовые менее плотные (k = 0,745, δ = 34,0 ppm) цепи во внешнем слое фибриллы, прилегающем к центральной фибрилле и состоящей из ячеек ТМ;

3) полоса при 1468,5 $см^{-1}$ характеризует первую промежуточную область со смешанными *транс-*, *гош*-метиленовыми цепями, прилегающими к ячейкам ТМ и аморфной области;

4) полоса при 1466,5 $см^{-1}$ характеризует аморфные *гош*-метиленовые цепи, прилегающие к первой и второй промежуточным областям;

5) полоса при 1464 см$^{-1}$ характеризует вторую промежуточную область со смешанными *транс*-, *гош*-метиленовыми цепями, прилегающими к аморфной области и ячейкам ОМ;

6) полоса при 1462 см$^{-1}$ характеризует *транс*-метиленовые цепи во внешней и наименее плотной (k = 0,736, δ = 33,0 ppm) кристаллической ламели, прилегающей ко второй промежуточной области и состоящей из ОМ.

Первым доводом в пользу такой идентификации является экспериментальное спектрометрическое установление соотношения модификаций с ножничными полосами в диапазоне 1474–1461 см$^{-1}$, т.е. по литературным данным [4, 25] *н*-докозан содержит преимущественно ячейки ТМ, *н*-генэйкозан – ячейки ОМ, а жидкий *н*-гексадекан содержит преимущественно аморфные *гош*-области (рис. 2).

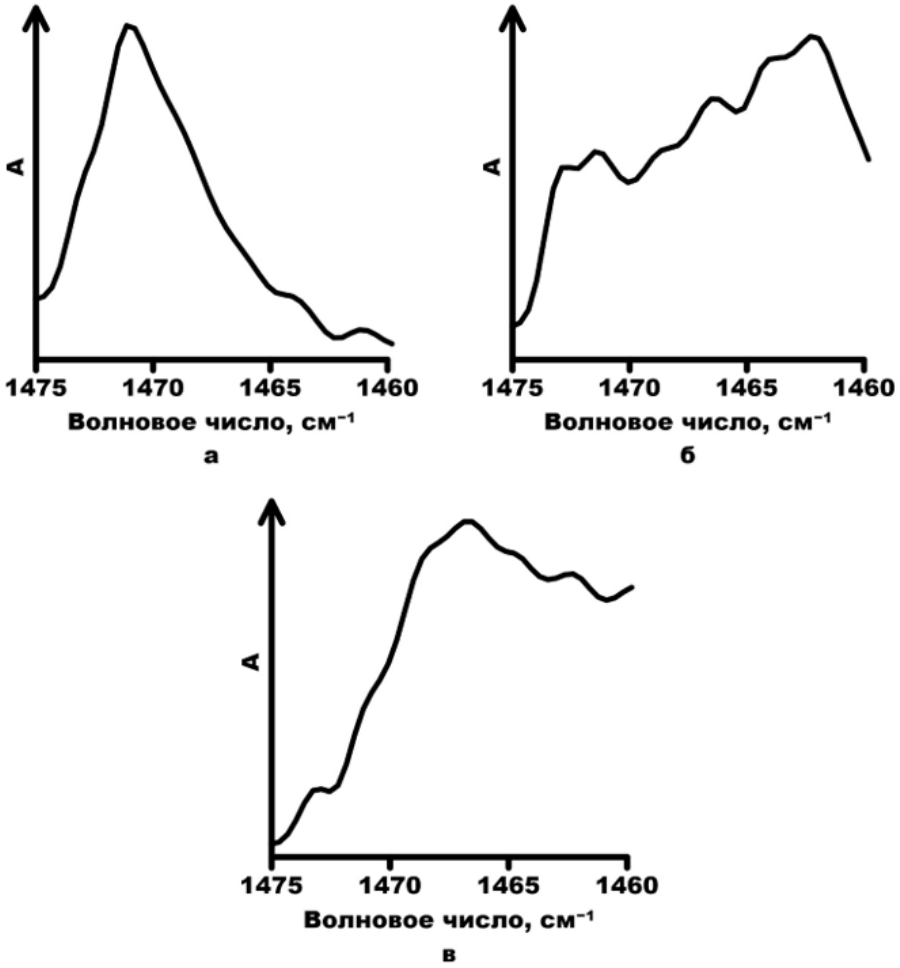


Рисунок 2. ИК-Фурье спектр НПВО: а) н-докозана б) н-генэйкозана в) н-гексадекана

В большинстве спектров рассмотренные полосы уширяются и перекрываются вследствие малой разницы в энергетических состояниях звеньев, быстрого теплового движения звеньев и сильного межмолекулярного взаимодействия в твёрдом теле [3, 7, 17], т.е. при использовании ИК-спектрометров невысокого разрешения придётся работать не с отдельными полосами, а с формой спектра ПЭ в диапазоне 1474–1461 см$^{-1}$, особенно для плёнок. Поэтому необходимо разделение данных полос методом деконволюции и последующая подгонка.

На рис. 3а изображен ИК-Фурье спектр НПВО, на котором без обработок наглядно видны все полосы. На рис. 3б приведены разделенные и подогнанные полосы из программы «Peakfit 4.12».

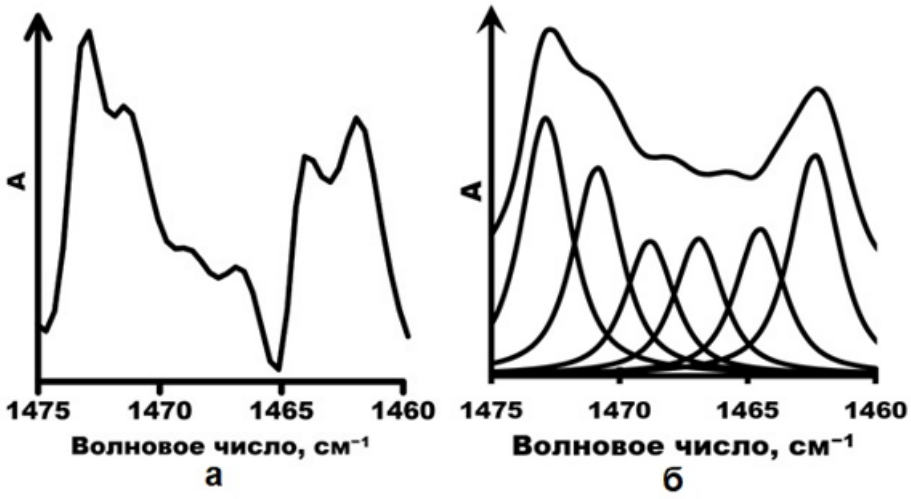


Рисунок 3. Фурье-ИК спектр НПВО для ПЭВП F04660: а) без обработки б) после разделения и подгонки полос

Последующие доводы основаны на предложенной модели НМС ПЭ и экспериментальных исследованиях влияния количества коротких и длинных ответвлений, значительного увеличения молекулярной массы, наполнения техническим углеродом, деформации расплавленного и кристаллического ПЭ.

Для исследования изменений НМС ПЭ проведён расчёт долей для полос метиленовых групп (F, Fraction) по формулам:

$$F_1=\frac{S_1}{\sum S}, F_2=\frac{S_2}{\sum S}, F_3=\frac{S_3}{\sum S}, F_4=\frac{S_4}{\sum S}, F_5=\frac{S_5}{\sum S}, F_6=\frac{S_6}{\sum S},$$

$$\sum S=S_1+S_2+S_3+S_4+S_5+S_6,$$

где F_1, F_2, F_3, F_4, F_5, F_6 – доли полос метиленовых групп при 1473, 1471, 1468,5, 1466,5, 1464 и 1462 $см^{-1}$ соответственно, S_1, S_2, S_3, S_4, S_5, S_6 – значения площадей разделённых шести полос при 1473, 1471, 1468,5, 1466,5, 1464 и 1462 $см^{-1}$ соответственно, $см^{-1}$.

Влияние количества коротких и длинных ответвлений. Увеличение количества коротких ответвлений и уменьшение количества длинных ответвлений (таблица 2) приводят к уменьшению пространственных препятствий при кристаллизации цепей в фибриллы (таблица 3).

Количество ответвлений по данным ИКФС ПР рассчитано по формулам:

$$S[C_2+RCH=CH_2]=\frac{S_{910+908}}{d}, S[>C_2+RR'C=CH_2]=\frac{S_{890+888}}{d}, S[t\text{-}RCH=CHR']=\frac{S_{965}}{d},$$

где $S[C_2+RCH=CH_2]$ – удельная площадь полосы, содержащей полосы этильных ответвлений и концевых виниловых групп, $см^{-1}\cdot мм^{-1}$, $S[>C_2+RR'C=CH_2]$ – удельная площадь полосы, содержащей полосы ответвлений длиннее этильных и винилиденовых групп, $см^{-1}\cdot мм^{-1}$, $S[t\text{-}RCH=CHR']$ – удельная площадь полосы, содержащей полосу *транс*-виниленовых групп, $см^{-1}\cdot мм^{-1}$, $S_{910+908}$, $S_{890+888}$ и S_{965} – площадь полосы, содержащей полосы при указанных волновых числах, $см^{-1}$ (первые две площади состоят из перекрытых полос алкильных ответвлений и ответвлений с двойными связями [21]), d — толщина поглощающего слоя, мм.

Площади трёх необходимых полос рассчитаны в программе «OPUS 6.5» методом интегрирования с проведением базовой линии от 875 к 980 $см^{-1}$. Для выявления изменений в количестве ответвлений достаточно сравнить удельную площадь полос для нескольких образцов [9, 10].

Таблица 2.

Изменение количества ответвлений по данным ИКФС ПР

Марка ПЭ	**$S[C_2 + RCH=CH_2]$, $см^{-1}\cdot мм^{-1}$**	**$S[>C_2 + RR'C=CH_2]$, $см^{-1}\cdot мм^{-1}$**	**$S[t\text{-}RCH=CHR']$, $см^{-1}\cdot мм^{-1}$**
	Me [Q1; Q3]	**Me [Q1; Q3]**	**Me [Q1; Q3]**
ПЭНП 15303-003	1,44 [1,40; 1,52]	4,29 [4,12; 4,44]	0,58 [0,55; 0,59]
ПЭСП FB4370	1,68 [1,63; 1,78]	0,84 [0,81; 0,87]	0,27 [0,26; 0,28]
ПЭВП 273-83	7,9 [7,8; 8,1]	0,55 [0,52; 0,57]	0,19 [0,18; 0,20]
ПЭВП F04660	8,3 [8,2; 8,5]	0,49 [0,46; 0,54]	0,12 [0,11; 0,13]
СВМПЭ GEHR	0,60 [0,58; 0,67]	≈ 0	≈ 0

Таблица 3.

Влияние ответвлений на НМС ПЭ по данным ИКФС НПВО

F, %	**ПЭНП 15303-003**	**ПЭСП FB4370**	**ПЭВП 273-83**	**ПЭВП F04660**	**СВМПЭ GEHR**
	Me[Q1;Q3] и {95% ДИ для Me}				
F_1	15,4[14,9;15,9] {15,0; 15,7}	20,2[19,7;21,0] {20,0; 20,7}	21,7[19,7;22,7] {20,9; 22,2}	21,8[21,4;23,0] {21,6; 22,9}	20,9[18,6;22,5] {19,1; 21,7}
F_2	18,7[17,6;19,4] {18,1; 19,1}	17,7[17,0;18,4] {17,4; 17,9}	18,4[17,6;20,1] {17,8; 19,9}	19,6[18,8;21,3] {19,1; 20,7}	16,8[15,3;18,8] {15,8; 18,7}
F_3	17,8[16,2;18,6] {16,5; 18,4}	13,7[13,0;16,2] {13,2; 14,9}	13,9[13,3;15,2] {13,4; 15,0}	12,7[12,0;13,4] {12,3; 12,9}	14,2[12,5;15,3] {12,8; 14,7}
F_4	16,4[15,6;17,0] {15,8; 16,8}	14,6[14,1;15,2] {14,3; 14,8}	13,4[12,6;13,9] {12,9; 13,8}	12,2[11,0;12,8] {11,5; 12,6}	14,3[12,5;14,8] {13,5; 14,6}
F_5	17,0[15,3;19,0] {15,6; 18,2}	16,9[15,1;17,5] {15,9; 17,2}	14,7[13,5;15,2] {14,1; 14,9}	15,3[14,2;16,8] {14,4; 16,5}	15,4[14,7;15,6] {14,9; 15,5}
F_6	15,2[14,0;16,1] {14,5; 15,8}	17,3[16,3;18,0] {16,5; 17,9}	18,6[17,7;19,5] {17,9; 18,9}	17,8[16,7;19,4] {17,1; 18,6}	19,8[17,4;21,5] {18,0; 21,1}

Из таблиц 2 и 3 следует, что с увеличением количества коротких ответвлений и с уменьшением количества длинных в ряду ПЭНП → ПЭСП → ПЭВП возрастает доля фибрилл (F_1 + F_2) и уменьшается доля аморфной области F_4. Отдельно от этого ряда находится СВМПЭ вследствие влияния значительной молекулярной массы (ММ).

Влияние значительной молекулярной массы. Несмотря на наименьшее количество всех ответвлений (таблица 2), доля фибрилл СВМПЭ (F_1 + F_2) понижается до доли ПЭСП вследствие влияния значительной ММ, приводящей к значительному увеличению запутывания макромолекул в расплаве [2] и к последующей сложности упаковки их в фибриллы при кристаллизации (таблицы 1 и 3) и к увеличению аморфной области F_4.

Влияние наполнения техническим углеродом. Наполнение ПЭВП техническим углеродом (2,0–2,5 %) приводит к уменьшению доли фибриллярной области (F_1 + F_2) (таблица 4). Это объясняется [5] уменьшением плотности упаковки цепей вследствие образования адсорбционных связей между макромолекулами и частицами технического углерода и последующего ограничения подвижности цепей. Метод ИКФС НПВО с элементом НПВО из ZnSe можно использовать до 10 % наполнения техническим углеродом [8].

Таблица 4.

Влияние наполнения техническим углеродом на НМС ПЭ

ПЭВПНТУ 273-79, Me[Q1;Q3] и {95% ДИ для Me}		
F_1, %	F_2, %	F_3, %
17,6[16,6;20,2] {16,6; 19,4}	19,2[17,8;21,2] {17,9; 20,9}	15,6[13,7;16,7] {14,0; 16,4}
F_4, %	F_5, %	F_6, %
14,4[13,2;15,4] {13,8; 15,1}	16,4[15,1;17,5] {15,6; 17,1}	16,9[15,0;17,7] {15,5; 17,5}

Влияние деформации кристаллического ПЭ. Деформация кристаллического ПЭ представлена механизмами Кобаяси и Гейла [11, 12]. Механизм Гейла описывает переход цепей из ОМ в ММ, а механизм Кобаяси — из ламелей в фибриллы. По спектрам ИКФС ПР и НПВО можно уточнить эти механизмы и проследить переход цепей при растяжении (относительное удлинение ε) и сжатии кристаллического ПЭ (таблица 3 и 5, рис. 4, 5).

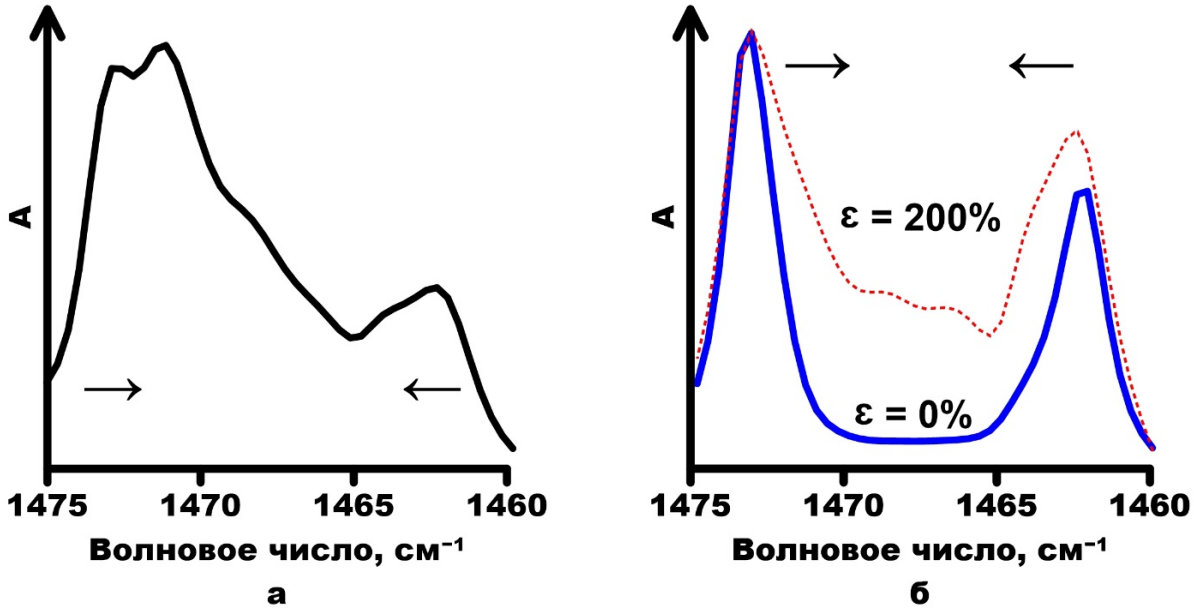


Рисунок 4. Фурье-ИК спектр: а) НПВО для гранул ПЭВП F04660, расплющенных при 800 МПа б) ПР для ПлF04660

Таблица 5.

Влияние деформации гранул ПЭ по данным ИКФС НПВО

ПЭВП F04660 (расплющивание при 800 МПа), Me[Q1;Q3] и {95% ДИ для Me}		
F_1, %	F_2, %	F_3, %
19,3[18,6;21,1]{18,6; 21,3}	23,6[22,6;24,1]{22,7; 24,0}	17,8[16,3;19,5]{16,5; 19,2}
F_4, %	F_5, %	F_6, %
13,9[13,0;14,4]{13,4; 14,2}	12,4[11,6;12,8]{11,7; 12,6}	12,6[12,0;14,6]{11,9; 14,7}

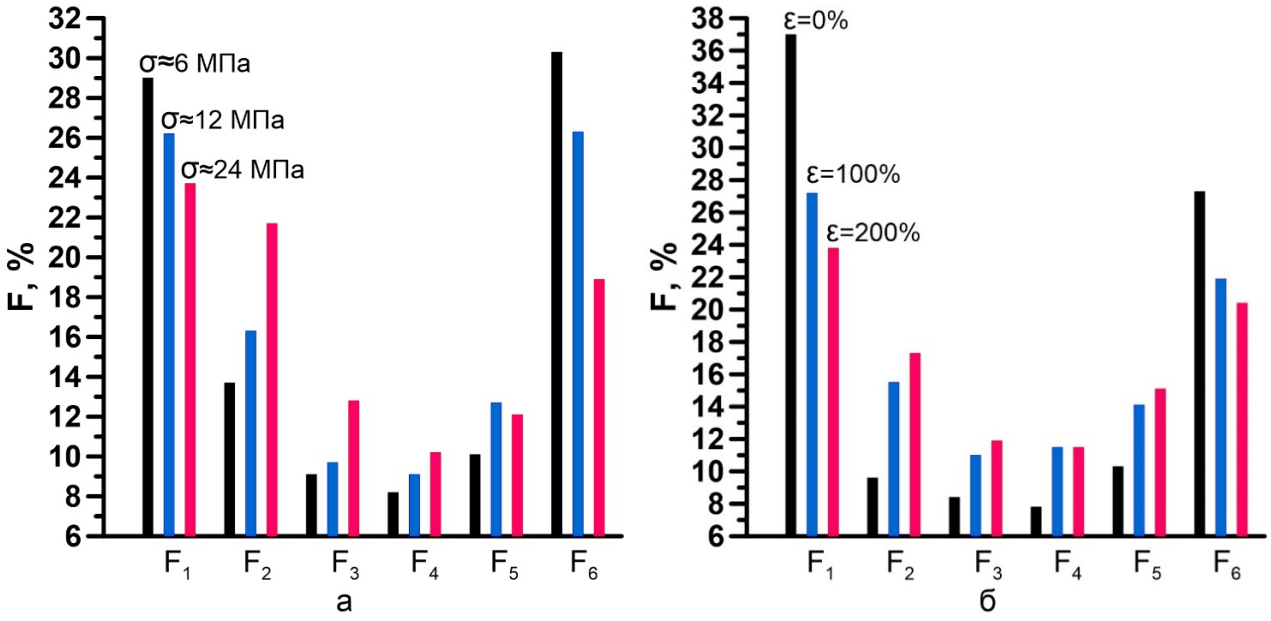


Рисунок 5. Изменение F при сжатии (а) и растяжении (б) ПлF04660 по данным ИКФС НПВО (а) и ПР (б)

Из рис. 4, 5 и таблиц 3 и 5 можно сделать вывод о направлении перехода цепей при деформации кристаллического ПЭ: ММ → ТМ ↔ промежуточные и аморфные области ← ОМ.

Влияние деформации расплавленного ПЭ. Влияние деформации заключается в увеличении доли фибриллярной области при увеличении и фиксировании деформации кристаллизующегося расплава ПЭ. Например, при прессовании расплавленной гранулы ПЭ в плёнку нужно затратить энергию на ориентацию и сближение цепей в фибриллы ($F_1 + F_2$, особенно F_1) и на удержание их в таком состоянии при охлаждении расплава гранул ПЭВП F04660 (таблица 3, рис. 5 ($\sigma \approx 6$ МПа, $\varepsilon = 0$ %)).

Связь с энтальпией плавления и плотностью. Сопоставление значений ΔH (таблица 1) со значениями ρ (таблица 1) и $F_1 + F_2$ (таблица 3) для большинства образцов привело к результату, указанному на рис. 6.

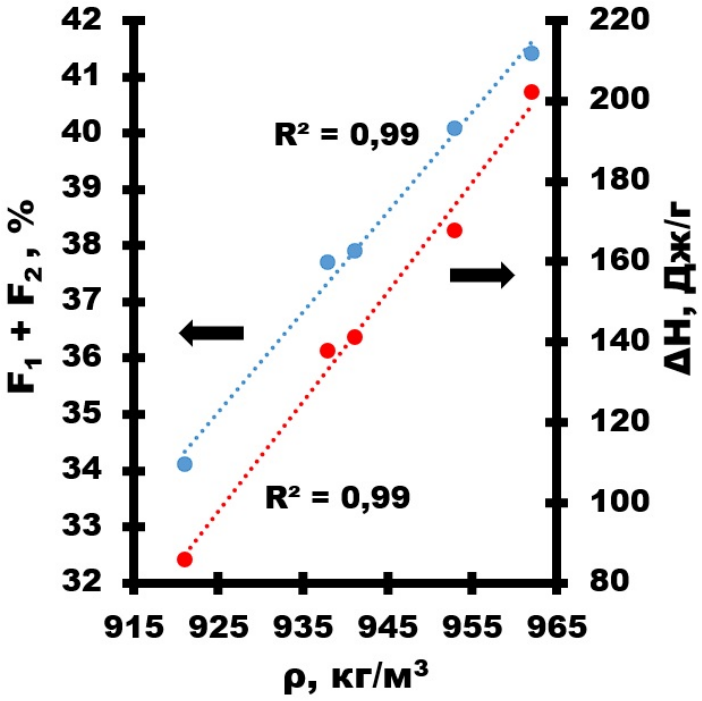


Рисунок 6. Связь результатов измерения ρ с $F_1 + F_2$ и с ΔH

Видно, что ΔH и $F_1 + F_2$ хорошо согласуются с ρ для всех немодифицированных образцов. Согласование ΔH с $F_1 + F_2$ и ρ сложнее для модифицированных ПЭ. К ним относятся образцы ПЭ, наполненные техническим углеродом (таблицы 1 и 4) и ориентированные из расплава под давлением (рис. 5). При наполнении техническим углеродом ρ растёт, а $F_1 + F_2$ и ΔH падают. Другая ситуация с плёнкой – ρ падает, $F_1 + F_2$ растёт и ΔH падает. Этому возможно есть следующее объяснение. Для ПЭВПНТУ плотность растёт из-за добавки технического углерода, $F_1 + F_2$ падает из-за понижения подвижности цепей, ΔH падает из-за понижения доли самой плотной фибриллярной области. Для плёнки ρ падает из-за большей доли наименее плотной ОМ, $F_1 + F_2$ растёт из-за ориентации и сближения цепей, и ΔH падает из-за большей доли наименее плотной ОМ и меньшей энергии для плавления перенапряженной фибриллярной области.

Заключение

Проведено сопоставление данных о НМС ПЭ с 6 полосами ножничных колебаний. Три полосы при 1473, 1471 и 1462 $см^{-1}$ отнесены к кристаллическим областям и три – к некристаллическим при 1468,5, 1466,5 и 1464 $см^{-1}$. Из литературы подобрана модель НМС ПЭ типа шиш-кебаб. Выявлена линейная зависимость между долей полос фибриллярной области, плотностью и энтальпией плавления для немодифицированных ПЭ. Модификации техническим углеродом и сильной деформацией расплава привели к отклонению от линейности.

Список литературы

1. Аскадский А.А., Хохлов А.Р. Введение в физико-химию полимеров. – Москва: Научный мир, 2009. – 381 с.
2. И.Н. Андреева. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен высокой плотности. – Ленинград: Химия, 1982. – 80 с.
3. Инфракрасная спектроскопия полимеров / И. Дехант [и др.]; пер. с нем. под ред. Э.Ф. Олейника. Москва: Химия, 1976. 472 с.
4. Котельникова Е.Н., Филатов С.К. Кристаллохимия парафинов. Санкт. – Петербург: Наука, 2002. – 352 с.
5. Липатов Ю.С. Физическая химия наполненных полимеров. – Москва: Химия, 1977. – 304 с.
6. Марихин В.А., Мясникова Л.П. Надмолекулярная структура полимеров. – Ленинград: Химия, 1977. – 240 с.
7. Смит А. Прикладная ИК-спектроскопия: Основы, техника, аналитическое применение; пер. с англ. под ред. А.А. Мальцева. – Москва: Мир, 1982. – 328 с.
8. Analysis of Black Rubber by FTIR and Thermogravimetry [Электронный ресурс]. // Shimadzu: Application News. № A413. URL: shimadzu.com (дата обращения: 20.09.2026).
9. ASTM D3124. Standard Test Method for Vinylidene Unsaturation in Polyethylene by Infrared Spectrophotometry. – West Conshohocken: ASTM International, 1998. – 4 P. – DOI: 10.1520/D3124-98.
10. ASTM D6248. Standard Test Method for Vinyl and Trans-Vinylene Unsaturation in Polyethylene by Infrared Spectrophotometry. – West Conshohocken: ASTM International, 1998. – 4 P. – DOI: 10.1520/D6248-98.
11. Geil P.H. Polymer Single Crystals. – New York: Interscience Publishers, 1963. – 560 P.
12. Geil P.H. Polymer deformation. II. Drawing of polyethylene single crystals // Journal of Polymer Science Part A: General Papers. – 1964. – Т. 2, № 9. – P. 3813–3833. – DOI: 10.1002/pol.1964.100020901.
13. Griffiths P.R., De Haseth J.A. Fourier transform infrared spectrometry. 2nd ed. – Hoboken: John Wiley & Sons, 2007. – 536 P.
14. J. Mark [et al.]. Physical Properties of Polymers. – Cambridge: Cambridge University Press, 2004. – 536 P.

15. Keller A. Organization of macromolecules in the solid state: A personal approach // Journal of Polymer Science: Polymer Symposia. – 1975. – T. 51, № 1. – P. 7–44. – DOI: 10.1002/polc.5070510104.
16. Kitamaru R. Phase structure of polyethylene and other crystalline polymers by solid-state ^{13}C NMR / R. Kitamaru // Advances in Polymer Science. – 1998. – T. 137. – P. 41–102. – DOI: 10.1007/3-540-69685-7_2.
17. Kumpanenko I.V., Chukanov N.V. Regularity bands in the infrared spectra of polymers with defects in periodic structure // Russian Chemical Reviews. – 1981. – T. 50, № 9. – P. 850–864. – DOI: 10.1070/RC1981v050n09ABEH002690.
18. Lindenmeyer P.H. The relationship between crystallization and deformation processes in crystalline high polymers // Polymer Engineering & Science. – 1964. – T. 4, № 3. – P. 170–176. – DOI: 10.1002/pen.760040305.
19. Mandelkern L. Crystallization of Polymers. Vol. 1. Equilibrium concepts. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2002. 448 P.
20. Mauritz K.A., Hopfinger A.J. Theory of the epitaxial crystallization of polymers: IV. Chain packing energetics of the initially deposited monolayer – application to the PE NaCl system // Surface Science. – 1976. – T. 55, № 1. – P. 81–92. – DOI: 10.1016/0039–6028(76)90377-0.
21. McRae M.A., Maddams W.F. Infrared spectroscopic studies on polyethylene. 2. The characterisation of specific types of alkyl branches in low-branched ethylene polymers and copolymers // Makromolekulare Chemie. – 1976. – T. 177, № 2. – P. 449–459. – DOI: 10.1002/macp.1976.021770213.
22. N. Montoya-Escobar [et al.]. Use of Fourier Series in X-ray Diffraction (XRD) Analysis and Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) for Estimation of Crystallinity in Cellulose from Different Sources // Polymers. – 2022. – T. 14, № 23. – Art. 5199. – DOI: 10.3390/polym14235199.
23. Pennings A.J. van der Mark J.M.A.A., Kiel A.M. Hydrodynamically induced crystallization of polymers from solution. III. Morphology // Kolloid-Zeitschrift und Zeitschrift für Polymere. – 1970. – T. 237, № 2. – P. 336–358. – DOI: 10.1007/BF02086847.
24. R. Li, Q. Fu. Shish–kebab as a self-composite in polyethylene: From Keller's crystallization framework to processing-enabled hierarchy engineering // Polymer. – 2026. – T. 358. – Art. 130213. – DOI: 10.1016/j.polymer.2026.130213.
25. R.D. Heyding [et al.]. The Normal Paraffins Revisited // Powder Diffraction. – 1990. – T. 5, № 2. – P. 93–100. – DOI: 10.1017/S0885715600015414.
26. S. Kitabatake, T. Inaoka, M. Yamaguchi. Modification of rheological properties and crystallization behaviors of polypropylene by addition of low-viscosity high-density polyethylene // Polymer. – 2026. – T. 361. – Art. 130435. – DOI: 10.1016/j.polymer.2026.130435.
27. Shear-induced crystallization of unimodal/bimodal polyethylene at high temperatures affected by C4 short-branching / Z. Wang, M. Zhu, T. Song [et al.] // Polymer. – 2021. – T. 233. – Art. 124203. – DOI: 10.1016/j.polymer.2021.124203.

28. Singhal A., Fina L.J. Dynamic two-dimensional infra-red spectroscopy of the crystal–amorphous interphase region in low-density polyethylene // Polymer. – 1996. – № 12. – P. 2335–2343. – DOI: 10.1016/0032–3861(96)85343-2.
29. Webb G.A. (Ed.), Modern magnetic resonance. Vol. 1. Applications in Chemistry, Biological and Marine Sciences. Dordrecht: Springer, 2007. 965 P.
30. Wunderlich B. Macromolecular physics. Vol. 1. Crystal structure, morphology, defects. New York; London: Academic Press, 1973. 549 P.
31. Y. Di, X. Shi, D. Zhou [et al.]. Self-Reinforcement of Polyethylene Enabled by the Additive-Induced Chain Orientation // Journal of Applied Polymer Science. – 2026. – T. 143. – DOI: 10.1002/app.70972.
32. Zerbi G. [et al.] Structural depth profiling in polyethylene films by multiple internal reflection infra-red spectroscopy // Polymer. – 1989. – № 12. – P. 2324–2327. – DOI: 10.1016/0032–3861(89)90269-3.

References

1. Askadskij A.A., Hohlov A.R. [Introduction to the Physical Chemistry of Polymers]. Moskva: Nauchnyj mir, 2009. 381 s. (In Russ.)
2. I.N. Andreeva. [Ultra-high-molecular-weight high-density polyethylene]. Leningrad: Himiya, 1982. 80 s. (In Russ.)
3. I. Dehant [Infrared spectroscopy of polymers]; per. s nem. pod red. Eh. F. Olejnika. Moskva: Himiya, 1976. 472 s. (In Russ.)
4. Kotel'nikova E.N., Filatov S.K. [Crystal chemistry of paraffins]. Sankt-Peterburg: Nauka, 2002. 352 s. (In Russ.)
5. Lipatov Yu.S. [Physical Chemistry of Filled Polymers]. Moskva: Himiya, 1977. 304 s. (In Russ.)
6. Marihin V.A., Myasnikova L.P. [Supramolecular structure of polymers]. Leningrad: Himiya, 1977. 240 s. (In Russ.)
7. Smit A. [Applied IR Spectroscopy: Fundamentals, Techniques, and Analytical Applications]; per. s angl. pod red. A.A. Mal'ceva. 328 s. [In Russ.]. – Moskva: Mir, 1982.
8. Analysis of Black Rubber by FTIR and Thermogravimetry // Shimadzu: Application News. No. A413. – URL: shimadzu.com (accessed: 20.09.2026).
9. ASTM D3124. Standard Test Method for Vinylidene Unsaturation in Polyethylene by Infrared Spectrophotometry. – West Conshohocken: ASTM International, 1998. – 4 P. – DOI: 10.1520/D3124-98.
10. ASTM D6248. Standard Test Method for Vinyl and Trans-Vinylene Unsaturation in Polyethylene by Infrared Spectrophotometry. – West Conshohocken: ASTM International, 1998. – 4 P. – DOI: 10.1520/D6248-98.
11. Geil P.H. Polymer Single Crystals. – New York: Interscience Publishers, 1963. – 560 P.

12. Geil P.H. Polymer deformation. II. Drawing of polyethylene single crystals // Journal of Polymer Science Part A: General Papers. – 1964. – Vol. 2, No. 9. – P. 3813–3833. – DOI: 10.1002/pol.1964.100020901.
13. Griffiths P.R., De Haseth J.A. Fourier transform infrared spectrometry. 2nd ed. – Hoboken: John Wiley & Sons, 2007. – 536 P.
14. J. Mark [et al.]. Physical Properties of Polymers. – Cambridge: Cambridge University Press, 2004. – 536 P.
15. Keller A. Organization of macromolecules in the solid state: A personal approach // Journal of Polymer Science: Polymer Symposia. – 1975. – Vol. 51, No. 1. – P. 7–44. – DOI: 10.1002/polc.5070510104.
16. Kitamaru R. Phase structure of polyethylene and other crystalline polymers by solid-state ^{13}C NMR // Advances in Polymer Science. – 1998. – Vol. 137. – P. 41–102. – DOI: 10.1007/3-540-69685-7_2.
17. Kumpanenko I.V., Chukanov N.V. Regularity bands in the infrared spectra of polymers with defects in periodic structure // Russian Chemical Reviews. – 1981. – Vol. 50, No. 9. – P. 850–864. – DOI: 10.1070/RC1981v050n09ABEH002690.
18. Lindenmeyer P.H. The relationship between crystallization and deformation processes in crystalline high polymers // Polymer Engineering & Science. – 1964. – Vol. 4, No. 3. – P. 170–176. – DOI: 10.1002/pen.760040305.
19. Mandelkern L. Crystallization of Polymers. Vol. 1. Equilibrium concepts. 2nd ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2002. 448 P.
20. Mauritz K.A., Hopfinger A.J. Theory of the epitaxial crystallization of polymers: IV. Chain packing energetics of the initially deposited monolayer – application to the PE NaCl system // Surface Science. – 1976. – Vol. 55, No. 1. – P. 81–92. – DOI: 10.1016/0039–6028(76)90377-0.
21. McRae M.A., Maddams W.F. Infrared spectroscopic studies on polyethylene. 2. The characterisation of specific types of alkyl branches in low-branched ethylene polymers and copolymers // Makromolekulare Chemie. – 1976. – Vol. 177, No. 2. – P. 449–459. – DOI: 10.1002/macp.1976.021770213.
22. N. Montoya-Escobar [et al.]. Use of Fourier Series in X-ray Diffraction (XRD) Analysis and Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) for Estimation of Crystallinity in Cellulose from Different Sources // Polymers. – 2022. – Vol. 14, No. 23. – Art. 5199. – DOI: 10.3390/polym14235199.
23. Pennings A.J. van der Mark J.M.A.A., Kiel A.M. Hydrodynamically induced crystallization of polymers from solution. III. Morphology // Kolloid-Zeitschrift und Zeitschrift für Polymere. – 1970. – Vol. 237, No. 2. – P. 336–358. – DOI: 10.1007/BF02086847.
24. R. Li, Q. Fu. Shish–kebab as a self-composite in polyethylene: From Keller's crystallization framework to processing-enabled hierarchy engineering // Polymer. – 2026. – Vol. 358. – Art. 130213. – DOI: 10.1016/j.polymer.2026.130213.
25. R.D. Heyding [et al.]. The Normal Paraffins Revisited // Powder Diffraction. – 1990. – Vol. 5, No. 2. – P. 93–100. – DOI: 10.1017/S0885715600015414.

26. S. Kitabatake, T. Inaoka, M. Yamaguchi. Modification of rheological properties and crystallization behaviors of polypropylene by addition of low-viscosity high-density polyethylene // Polymer. – 2026. – Vol. 361. – Art. 130435. – DOI: 10.1016/j.polymer. 2026.130435.
27. Shear-induced crystallization of unimodal/bimodal polyethylene at high temperatures affected by C4 short-branching / Z. Wang, M. Zhu, T. Song [et al.] // Polymer. – 2021. – Vol. 233. – Art. 124203. – DOI: 10.1016/j.polymer.2021.124203.
28. Singhal A., Fina L.J. Dynamic two-dimensional infra-red spectroscopy of the crystal–amorphous interphase region in low-density polyethylene // Polymer. – 1996. – No. 12. – P. 2335–2343. – DOI: 10.1016/0032–3861(96)85343-2.
29. Webb G.A. (Ed.), Modern magnetic resonance. Vol. 1. Applications in Chemistry, Biological and Marine Sciences. Dordrecht: Springer, 2007. 965 P.
30. Wunderlich B. Macromolecular physics. Vol. 1. Crystal structure, morphology, defects. New York; London: Academic Press, 1973. 549 P.
31. Y. Di, X. Shi, D. Zhou [et al.]. Self-Reinforcement of Polyethylene Enabled by the Additive-Induced Chain Orientation // Journal of Applied Polymer Science. – 2026. – Vol. 143. – DOI: 10.1002/app.70972.
32. Zerbi G. [et al.] Structural depth profiling in polyethylene films by multiple internal reflection infra-red spectroscopy // Polymer. – 1989. – No. 12. – P. 2324–2327. – DOI: 10.1016/0032–3861(89)90269-3.

Статья поступила в редакцию: 21.09.2026
Статья принята к публикации: 26.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 678.743.22

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23448

Влияние моностеарата глицерина на текучесть расплава композиций ПВХ с термически модифицированным рисовым крахмалом

Мухиддинов Баходир Фахриддинович
д-р хим. наук, проф.
кафедры Химическая технология Навоийский государственный горно-технологический университет
Республика Узбекистан, г. Навои
E-mail: hayot.istamov.job@gmail.com

Истамов Хаёт Йулчиевич
канд. техн. наук, ст. преп
кафедры Химическая технология, Навоийский государственный горно-технологический университет
Республика Узбекистан, г. Навои
E-mail: hayot.istamov.job@gmail.com

Effect of glycerol monostearate on melt flow of PVC composites with thermally modified rice starch

Muhiddinov Bahodir
D.Sc. (Chemistry), Professor
Department of Chemical Technology, Navoi State Mining and Technological University
Republic of Uzbekistan, Navoi

Istamov Hayot
PhD, Senior Lecturer
Department of Chemical Technology, Navoi State Mining and Technological University
Republic of Uzbekistan, Navoi

Аннотация

В работе исследована количественная оценка изменения показателя текучести расплава (ПТР) и эффективной вязкости композиций пластифицированного поливинилхлорида с термически модифицированным рисовым крахмалом (ТМРК) при введении компатибилизатора моностеарата глицерина (ГМС). Сопоставлены рецептуры ПВХ, пластифицированного 30 мас. % диоктилфталата, с 5–30 мас. % крахмала без добавки и серии с 5–55 мас. % крахмала при содержании 5 мас. % моностеарата глицерина.

Библиографическое описание: Мухиддинов Б.Ф., Истамов Х.Й. Влияние моностеарата глицерина на текучесть расплава композиций ПВХ с термически модифицированным рисовым крахмалом // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23448

Композиции готовили смешением в расплаве на экструдере при 150–175 °C. Показатель текучести расплава определяли на пластометре ИИРТ-5М по ГОСТ 11645-73 при температуре 150 °C и нагрузке 21,6 кг. Установлено, что показатель текучести расплава закономерно снижается с увеличением содержания ТМРК вследствие повышения вязкости дисперсной системы. Однако в сопоставимых по содержанию крахмала рецептурах введение ГМС увеличивало показатель в 2,22–2,64 раза. При 20 мас. % крахмала получены значения 10,09 и 25,53 г/10 мин (с ГМС), при 30 мас. % — 7,97 и 17,96 г/10 мин соответственно. В серии с добавкой повышение содержания крахмала от 5 до 55 мас. % снижало показатель с 41,03 до 6,30 г/10 мин. Таким образом, технологическая добавка частично компенсирует падение текучести при наполнении, расширяя технологическое окно экструзии и литья. Практическая значимость результатов заключается в обосновании рецептур для переработки биоразлагаемых композитов в расплаве.

Abstract

The aim of this study is to quantify the changes in the melt flow index (MFI) and effective viscosity of plasticized polyvinyl chloride composites containing thermally modified rice starch (TMRS) upon the addition of glycerol monostearate (GMS) as a compatibilizer. Formulations of PVC plasticized with 30 wt.% dioctyl phthalate containing 5–30 wt.% starch without the additive and a series with 5–55 wt.% starch containing 5 wt.% glycerol monostearate were compared. Composites were prepared by melt mixing in an extruder at 150–175 °C. The melt flow index was determined using an IIRT-5M plastometer according to GOST 11645-73 at 150 °C and a load of 21.6 kg. It was established that the melt flow index naturally decreases with an increase in TMRS content due to an increase in the viscosity of the dispersed system. However, in formulations with comparable starch content, the introduction of GMS increased the MFI by a factor of 2.22–2.64. At 20 wt.% starch, values of 10.09 and 25.53 g/10 min (with GMS) were obtained, and at 30 wt.% — 7.97 and 17.96 g/10 min, respectively. In the series with the additive, increasing the starch content from 5 to 55 wt.% reduced the rate from 41.03 to 6.30 g/10 min. Thus, the processing additive partially compensates for the decrease in flow caused by filling, expanding the technological window for extrusion and molding. The practical significance of the results lies in the justification of formulations for the melt processing of biodegradable composites.

Ключевые слова: поливинилхлорид, рисовый крахмал, моностеарат глицерина, текучесть расплава, экструзия, технологическая добавка.

Keywords: polyvinyl chloride, rice starch, glycerol monostearate, melt mass-flow rate, extrusion, processing additive.

Введение

Текучесть крахмалсодержащих композиций зависит от состава и взаимодействия компонентов. При экструзии эти факторы определяют условия формования и качество конечных изделий. Для многофазных систем существенна термодинамическая совместимость полимера и наполнителя. В частности, несовместимость полярного крахмала с менее полярными или гидрофобными полимерами требует применения специальных совместителей для снижения межфазного натяжения.

Исследования ПВХ с модифицированным рисовым крахмалом ранее были посвящены оценке деструкции, биоразложения и водопоглощения. Однако для промышленного выпуска биоразлагаемых материалов на основе термопластов критически важно учитывать их перерабатываемость. Определение показателя текучести расплава (ПТР) дает воспроизводимую количественную оценку перерабатываемости, связывая состав композиций и режимы переработки с качеством изделий. Цель работы — сопоставить ПТР и эффективную вязкость композиций ПВХ (ДОФ) при варьировании содержания ТМРК без добавки и с 5 мас. % моностеарата глицерина.

Объекты и методы исследования

Использовали ПВХ-ДОФ-30 с 30 мас. % диоктилфталата — ПВХ (ДОФ). Рисовый крахмал РК-1 подвергали термообработке при 180 ± 2 °С в течение 30 ± 1 мин (ТМРК). В качестве технологической добавки и компатибилизатора применяли моностеарат глицерина (ГМС) марки GMS-40 с 38–42 % моноэфира.

Его содержание S в парных рецептурах составляло 5, 10, 15, 20 и 30 мас. %. В серии «–Р» без ГМС доля матрицы равнялась (100 − S) %, в серии «–РК» с 5 мас. % ГМС — (95−S) %. Для серии «–РК» дополнительно исследовались составы с 40, 45, 50 и 55 мас. % ТМРК. Контроль ПВХ-К представлял собой исходную матрицу.

ПВХ-ДОФ-30 сушили при 80 ± 2 °С в течение 4 часов, крахмал — при 105 ± 2 °С до постоянной массы. После предварительного смешения композиции перерабатывали на одношнековом экструдере ЭШ-40 при 50 ± 5 об/мин. Температуры зон загрузки, гомогенизации и головки составляли 150 ± 5, 170 ± 5 и 175 ± 2 °С. Экструдат охлаждали и гранулировали.

Показатель текучести расплава (ПТР) определяли на экструзионном пластометре ИИРТ-5М по методике ГОСТ 11645-73 при 150 °С и нагрузке 21,6 кг. Изменение текучести оценивали отношением ПТР серии «–РК» к ПТР серии «–Р» при одинаковом содержании наполнителя. Эффективная вязкость расплава также анализировалась как производная от ПТР.

Результаты и обсуждение

ПТР контрольного ПВХ (ДОФ) находился в диапазоне 30,22–31,20 г/10 мин, а эффективная вязкость составляла порядка 4400 Па·с. В обеих сериях увеличение содержания ТМРК сопровождалось закономерным снижением текучести. Это обусловлено увеличением вязкости расплава из-за присутствия жесткой дисперсной фазы, усиления структурной сетки межчастичных взаимодействий и межфазного трения, однако при одинаковом S значения серии «–РК» были выше (табл. 1, рис. 1, «–Р» — без ГМС; «–РК» — с 5 мас. % ГМС. Прочерк означает отсутствие данных для сопоставления).

Таблица 1.

ПТР композиций при 150 °C и 21,6 кг

ТМРК, мас.%	Серия –Р, г/10 мин	Серия –РК, г/10 мин
5	18,46	41,03
10	14,28	36,25
15	12,02	31,75
20	10,09	25,53
30	7,97	17,96
40	—	13,58
45	—	10,84
50	—	8,42
55	—	6,30

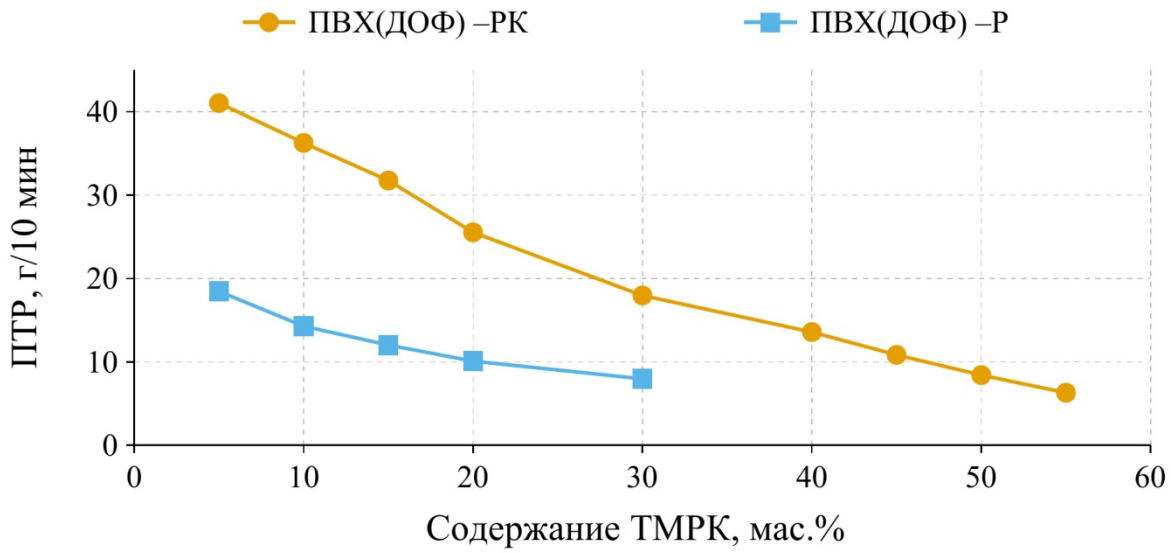


Рисунок 1. Зависимость ПТР композиций ПВХ(ДОФ) от содержания ТМРК при 150 °C и нагрузке 21,6 кг

Для S = 5, 10, 15, 20 и 30 мас. % отношения ПТР серии с ГМС к серии без него составили соответственно 2,22; 2,54; 2,64; 2,53 и 2,25. Наибольший относительный эффект получен при 15 мас. % крахмала. При 5–15 мас. % наполнителя рецептуры с ГМС имели ПТР выше контрольной ненаполненной матрицы (до 41,03 г/10 мин при 5 мас. % ТМРК), тогда как при 20 мас. % показатель снижался до 25,53 г/10 мин. Эффективная вязкость в серии с ГМС варьировалась от 3294 Па·с (5 мас. % ТМРК) до 7812 Па·с (30 мас. % ТМРК).

При повышении содержания ТМРК от 5 до 55 мас. % ПТР серии с ГМС уменьшился в 6,51 раза, достигнув 6,30 г/10 мин (эффективная вязкость 23103 Па·с). Добавка, следовательно, не устраняет полностью влияние наполнения на течение, однако частично выступает как вторичный пластификатор, проявляя синергию с диоктилфталатом. Ненулевой ПТР при 55 мас. % характеризует удовлетворительное течение в условиях испытания и доказывает принципиальную возможность переработки высоконаполненных композиций.

Эффект компатибилизации ГМС особенно заметен для композиций ПВХ (ДОФ) в области высоких содержаний S, где без компатибилизатора переработка композиций существенно затруднена. Повышение текучести связано со смазывающим действием ГМС

и изменением взаимодействий между компонентами: он улучшает смачиваемость частиц наполнителя расплавом полимера и снижает эффективную плотность межчастичных контактов.

Заключение

Введение 5 мас. % моностеарата глицерина в композиции ПВХ (ДОФ), наполненные 5–30 мас. % термически модифицированного рисового крахмала, с замещением части матрицы повышает ПТР в 2,22–2,64 раза по сравнению с немодифицированными аналогами. При дальнейшем наполнении текучесть закономерно снижается и достигает 6,30 г/10 мин при 55 мас. % крахмала. ГМС представляет собой эффективную компатибилизирующую и технологическую добавку, которая компенсирует падение текучести, расширяет технологическое окно экструзии и литья под давлением, а также стабилизирует процесс смешения и гранулирования биоразлагаемых рецептур.

Список литературы

1. ГОСТ 11645-73. Пластмассы. Метод определения показателя текучести расплава термопластов. – Введ. 01.01.1975.
2. Altayan M.M., Al Darouich T. Study of the properties of polyethylene/thermoplastic starch blends: determination of the critical compatibilizer concentration // Polymer Science, Series B. – 2021. – T. 63. – P. 152–160. – DOI: 10.1134/S1560090421020019.
3. Avérous L. Biodegradable multiphase systems based on plasticized starch: a review // Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews. – 2004. – T. 44. – P. 231–274. – DOI: 10.1081/MC-200029326.
4. Istamov H., Mukhiddinov B., Toshtemirov F., Tilavova L. Investigation of the biodegradation of polyvinyl chloride using modified rice starch // E3S Web of Conferences. – 2024. – T. 548. – Art. 08008. – DOI: 10.1051/e3sconf/202454808008.
5. Kalambur S., Rizvi S.S.H. An overview of starch-based plastic blends from reactive extrusion // Journal of Plastic Film & Sheeting. – 2006. – T. 22. – P. 39–58. – DOI: 10.1177/8756087906062729.
6. Laycock B., Pratt S., Halley P. A perspective on biodegradable polymer biocomposites–from processing to degradation // Functional Composite Materials. – 2023. – T. 4. – DOI: 10.1186/s42252-023-00048-w.
7. Liu H., Xie F., Yu L. et al. Thermal processing of starch-based polymers // Progress in Polymer Science. – 2009. – T. 34. – P. 1348–1368. – DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2009.07.001.
8. Polymer Blends Handbook / eds. L.A. Utracki, C.A. Wilkie. – 2nd ed. – Dordrecht: Springer, 2014. – DOI: 10.1007/978-94-007-6064-6.
9. Rauwendaal C. Polymer Extrusion. – 5th ed. – Munich: Hanser, 2014. – DOI: 10.3139/9781569905395.

10. Surendren A., Mohanty A.K., Liu Q., Misra M. A review of biodegradable thermoplastic starches, their blends and composites: recent developments and opportunities for single-use plastic packaging alternatives // Green Chemistry. – 2022. – T. 24. – P. 8606–8636. – DOI: 10.1039/D2GC02169B.

References

1. GOST 11645-73. [Plastics. Method for determination of melt flow index of thermoplastics]. Effective 01.01.1975. (In Russ.)
2. Altayan M.M., Al Darouich T. Study of the properties of polyethylene/thermoplastic starch blends: determination of the critical compatibilizer concentration // Polymer Science, Series B. – 2021. – Vol. 63. – P. 152–160. – DOI: 10.1134/S1560090421020019.
3. Avérous L. Biodegradable multiphase systems based on plasticized starch: a review // Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews. – 2004. – Vol. 44. – P. 231–274. – DOI: 10.1081/MC-200029326.
4. Istamov H., Mukhiddinov B., Toshtemirov F., Tilavova L. Investigation of the biodegradation of polyvinyl chloride using modified rice starch // E3S Web of Conferences. – 2024. – Vol. 548. – Art. 08008. – DOI: 10.1051/e3sconf/202454808008.
5. Kalambur S., Rizvi S.S.H. An overview of starch-based plastic blends from reactive extrusion // Journal of Plastic Film & Sheeting. – 2006. – Vol. 22. – P. 39–58. – DOI: 10.1177/8756087906062729.
6. Laycock B., Pratt S., Halley P. A perspective on biodegradable polymer biocomposites–from processing to degradation // Functional Composite Materials. – 2023. – Vol. 4. – DOI: 10.1186/s42252-023-00048-w.
7. Liu H., Xie F., Yu L. et al. Thermal processing of starch-based polymers // Progress in Polymer Science. – 2009. – Vol. 34. – P. 1348–1368. – DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2009.07.001.
8. Polymer Blends Handbook / eds. L.A. Utracki, C.A. Wilkie. 2nd ed. – Dordrecht: Springer, 2014. – DOI: 10.1007/978-94-007-6064-6.
9. Rauwendaal C. Polymer Extrusion. 5th ed. – Munich: Hanser, 2014. – DOI: 10.3139/9781569905395.
10. Surendren A., Mohanty A.K., Liu Q., Misra M. A review of biodegradable thermoplastic starches, their blends and composites: recent developments and opportunities for single-use plastic packaging alternatives // Green Chemistry. – 2022. – Vol. 24. – P. 8606–8636. – DOI: 10.1039/D2GC02169B.

Статья поступила в редакцию: 03.09.2026
Статья принята к публикации: 08.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 677.21+677.494+628.4

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23386

Комплексная характеристика волокнистых текстильных отходов и их подготовка к переработке путем дифференцированного обесцвечивания

Рахмонова Саида Рахимжон кизи
мл. науч. сотр., PhD
Институт химии и физики полимеров Академии наук, Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: s.raxmonova1994@gmail.com
Набиева Ирода Абдусаматовна
д-р техн. наук, проф.
Ташкентский институт текстильной и лёгкой промышленности
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: niroda@bk.ru
Абдумаджидов Анвар Абдумаликович
канд. техн. наук, PhD, доц.
Институт химии и физики полимеров Академии наук, Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Сарымсаков Абдушкур Абдухалилович
д-р техн. наук, проф.
Институт химии и физики полимеров Академии наук Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Юлдашов Шерзод Абдуллаевич
д-р хим. наук, Ds, Институт химии и физики полимеров Академии наук Республики Узбекистан; Республика Узбекистан, г. Ташкент
Карабаева Барна Сабировна 1
ст. науч. сотр., Институт химии и физики полимеров Академии наук Республики
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Мирхолисов Мирафзал Музаффар ўғли
мл. науч. сотр
[1]Институт химии и физики полимеров Академии наук Республики Узбекистан; Республика Узбекистан, г. Ташкент
Тойшиева Зиёдаксон Ихволбек кизи
мл. науч. сотр
Институт химии и физики полимеров Академии наук Республики
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Библиографическое описание: Комплексная характеристика волокнистых текстильных отходов и их подготовка к переработке путем дифференцированного обесцвечивания // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Рахмонова С.Р. кизи [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23386

Comprehensive characterization and color-specific decolorization of textile fibrous waste for recycling

Rakhmonova Saida Rakhimzhon kizi
Junior Researcher, PhD
Institute of Polymer Chemistry and Physics
Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Uzbekistan, Tashkent
Nabieva Iroda Abdusamatovna
doctor of Technical Sciences, Professor
Tashkent Institute of Textile and Light Industry
Uzbekistan, Tashkent
Abdumadzhidov Anvar Abdumalikovich
candidate of Technical Sciences, PhD
Associate Professor
Institute of Polymer Chemistry and Physics
Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Uzbekistan, Tashkent
Sarymsakov Abdushkur Abdukhalilovich
doctor of Technical Sciences, Professor
Institute of Polymer Chemistry and Physics
Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Uzbekistan, Tashkent
Yuldashov Sherzod Abdullaevich
doctor of Chemical Sciences
DSc
Institute of Polymer Chemistry and Physics
Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Uzbekistan, Tashkent
Karabaeva Barna Sabirovna
Senior Researcher
Institute of Polymer Chemistry and Physics
Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Uzbekistan, Tashkent
Mirkholisov Mirafzal Muzaffar ugli
Junior Researcher co-workers
[1]Institute of Chemistry and Physics of Polymers Academy of Sciences of the Republic
Uzbekistan; Republic of Uzbekistan, Tashkent
Toishieva Ziyodakson Ikhvolbek kizi
Ml. Scientific co-workers, Institute of Chemistry and Physics of Polymers of the Academy of Sciences of the Republic
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

В данной статье изучены процессы оценки состава волокнистых отходов, образующихся на текстильных и швейных предприятиях, а также основные этапы их подготовки к дальнейшей переработке. Для определения природы волокон и их принадлежности к определённой группе использованы методы сжигания, химической идентификации и оптического микроскопического анализа. На основании полученных результатов образцы были разделены на целлюлозные, синтетические и смешанные волокнистые группы. Результаты химического и микроскопического анализов показали, что образцы целлюлозной группы состоят преимущественно из хлопковых волокон. Для

смешанных тканей установлено различное содержание полиэфирного волокна в зависимости от направления нитей: его количество составило 17 % в уточных нитях и 50 % в нитях основы. Кроме того, исследован процесс обесцвечивания отходов хлопковых волокон, окрашенных активными красителями. Установлено, что эффективное обесцвечивание обеспечивается в щелочно-восстановительной среде в присутствии 3 % NaOH. Полученные результаты подтверждают, что предварительная сортировка волокнистых отходов по составу и цвету является важным этапом, обеспечивающим возможность их эффективной последующей переработки, и определяющим рациональный выбор дальнейшего подхода к использованию и переработке текстильного волокнистого вторичного сырья.

Abstract

This article investigates the processes used to assess the composition of fibrous waste generated by textile and garment enterprises, as well as the main stages of its preparation for further processing. To determine the nature of the fibers and classify them into specific groups, burning tests, chemical identification, and optical microscopic analysis were employed. Based on the obtained results, the samples were classified into cellulosic, synthetic, and blended fiber groups. The results of chemical and microscopic analyses showed that the samples belonging to the cellulosic group consisted predominantly of cotton fibers. For blended fabrics, different polyester fiber contents were determined depending on the yarn direction: the polyester content was 17 % in the weft yarns and 50 % in the warp yarns. In addition, the decolorization process of cotton fiber waste dyed with reactive dyes was investigated. It was established that effective decolorization was achieved in an alkaline-reducing medium in the presence of 3 % NaOH. The obtained results confirm that preliminary sorting of fibrous waste according to composition and color is an important stage that enables its efficient subsequent processing and determines the rational selection of further approaches to the utilization and recycling of secondary textile fibrous raw materials.

Ключевые слова: текстильные отходы, хлопковое волокно, полиэфирное волокно, смешанные волокна, химическая идентификация, обесцвечивание, вторичное сырьё.

Keywords: textile waste, cotton fiber, polyester fiber, blended fibers, chemical identification, decolorization, secondary raw materials.

Введение

Волокнистые отходы, образующиеся на предприятиях текстильной и лёгкой промышленности, как правило, оценивают в зависимости от их волокнистого состава, химической отделки, а также физико-химических свойств реагентов и красителей, применяемых в процессах крашения, и группируют по направлениям дальнейшей переработки [4, 1]. Данный принцип классификации имеет важное научно-практическое значение при определении оптимального направления последующей переработки волокнистых отходов механическими, химическими или физико-химическими методами [4, 23]. Волокнистые отходы, разделённые по составу, могут эффективно использоваться в качестве вторичного сырья в различных отраслях промышленности [4, 21]. В частности, они применяются в строительстве для получения тепло- и звукоизоляционных материалов, в лёгкой промышленности - регенерированных волокон и пряжи, в мебельном производстве -

наполнителей и компонентов покрытий, в бумажной промышленности - в качестве целлюлозного сырья, в автомобилестроении - для изготовления лёгких композитов и шумопоглощающих элементов, а в сельском хозяйстве - для производства геотекстильных и мульчирующих материалов [3, 7, 13, 22].

В строительной промышленности волокнистые отходы применяются для получения тепло- и звукоизоляционных материалов, а в лёгкой промышленности - для переработки текстильных обрезков в регенерированные волокна и производства из них новой пряжи [22, 5, 10, 15]. В мебельной промышленности волокнистые отходы могут использоваться в качестве переработанного вторичного сырья для изготовления внутренних наполнителей, подкладочных слоёв под обивку и ватиновых материалов для диванов, матрасов и других изделий мягкой мебели [3, 18, 24]. Переработанные волокнистые отходы имеют важное практическое значение как вторичное сырьё в различных отраслях промышленности. В частности, они могут применяться в производстве бумаги в качестве целлюлозной композиционной добавки, в автомобилестроении -как внутренние конструкционные элементы, обеспечивающие шумо- и теплоизоляцию, а в сельском хозяйстве - в качестве агротекстильных материалов, защищающих сельскохозяйственные культуры от неблагоприятных климатических и механических воздействий [6, 11, 16].

Для эффективной переработки волокнистых отходов и их направления в качестве вторичного сырья, соответствующего конкретным отраслям промышленности, прежде всего требуется их систематическая классификация по источнику образования, волокнистому составу, физико-морфологическим характеристикам, фракционной структуре, а также химическим компонентам, оставшимся после процессов крашения и отделки [4, 2, 14].

Группирование волокнистых отходов по источнику происхождения, стадии образования и волокнисто-химическому составу является важным критерием при выборе направления их переработки. Такой подход позволяет отдельно оценивать отходы, образующиеся в процессе производства, до потребления и после потребления, а также материалы из натуральных, синтетических и смешанных волокон [1, 4]. С точки зрения производственной цепочки волокнистые отходы в основном образуются в процессах прядения, ткачества и трикотажного производства, а также раскроя и швейного производства. К данной группе относятся короткие волокна, остатки ровницы и пряжи, концы нитей, кромки тканей, обрезки, остающиеся после раскроя, а также фрагменты дефектных тканей [1, 25]. По волокнисто-химическому составу волокнистые отходы классифицируют на отходы из натуральных, регенерированных искусственных, синтетических и смешанных волокон. Такая классификация имеет важное значение для выбора метода их переработки, разделения волокнистых компонентов и эффективного использования в качестве вторичного сырья [4, 8, 17].

При подготовке волокнистых отходов к переработке важное значение имеют этапы механической сортировки и фракционирования, которые позволяют удалять из состава сырья пыль, металлические и минеральные частицы, а также другие посторонние механические примеси, а также систематически оценивать регенерированные волокна по длине, тонине, доле коротких волокон и фракционному составу [14, 25]. В процессе морфологической оценки определяются структура поверхности волокон, степень деструкции и характер механических повреждений [26]. Кроме того, при подготовке волокнистых отходов

к переработке необходимо оценивать наличие сохранившихся на поверхности волокон или во внутренней структуре отделочных химических реагентов, красителей для печати, функциональных добавок и других технологических химических компонентов, а также особенности их распределения [4, 1].

Классификация волокнистых отходов с учётом количества остатков красителей и текстильных вспомогательных реагентов, применённых на стадиях крашения, печати и отделки, позволяет целенаправленно выбирать последующее направление их механической, химической или физико-химической переработки [4, 19]. Высокоочищенные целлюлозные волокнистые отходы рассматриваются как перспективное вторичное сырьё для получения производных целлюлозы, включая натрий-карбоксиметилцеллюлозу и ацетат целлюлозы, а также других химически модифицированных целлюлозных продуктов [9, 12, 20]. Смешанные волокнистые отходы различного состава могут применяться в производстве композиционных материалов в качестве армирующего или функционального компонента. Очень короткие, механически повреждённые и подвергшиеся деструкции волокнистые отходы, в свою очередь, являются перспективным вторичным волокнистым сырьём для производства бумаги, нетканых материалов и наполнителей [4, 3, 27].

Материалы и методы

Объекты исследования

В качестве объектов исследования были выбраны волокнистые отходы, образующиеся на текстильных и швейных предприятиях, в том числе обрезки тканей из хлопковых, синтетических волокон, а также хлопково-полиэфирных смесей. Образцы были разделены на группы в зависимости от внешнего вида, цвета, волокнистого состава и технологического происхождения. В ходе исследования структурные особенности волокон оценивали с использованием методов сжигания, химической идентификации и оптического микроскопического анализа.

Предварительная подготовка образцов

Отобранные для анализа обрезки тканей и волокнистые отходы предварительно очищали от поверхностных загрязнений, пыли, механических примесей и отделочных веществ. Для этого образцы кипятили в течение 30 минут в растворе поверхностно-активного вещества концентрацией 5 g/l при модуле 1:50. Затем образцы последовательно промывали в горячей воде при температуре 90 – 95 °C, в тёплой воде при температуре 55 – 60 °C и в холодной воде комнатной температуры. Промытые образцы высушивали в лабораторном сушильном шкафу и подготавливали к последующим анализам.

Предварительная идентификация волокон методом сжигания

Для определения природы происхождения волокон первоначально проводили испытание методом сжигания. Из каждого образца отбирали небольшое количество волокон и с помощью металлического пинцета подвергали воздействию открытого пламени. В ходе испытания фиксировали характер воспламенения волокна, скорость горения, особенности плавления или обугливания, образующийся запах, цвет золы и форму остатка.

По результатам испытания методом сжигания образцы были разделены на три основные группы. Образцы, интенсивно горевшие, выделявшие запах жжёной бумаги и образовывавшие светло-серую золу, были отнесены к группе целлюлозных волокон. Образцы, плавившиеся без образования пламени и формировавшие твёрдый шарообразный остаток, были отнесены к группе синтетических волокон. Образцы, при сжигании которых одновременно наблюдались запах жжёной бумаги и образование твёрдого шарообразного остатка, рассматривались как смесь целлюлозных и синтетических волокон.

Химическая идентификация целлюлозных волокон

Образцы, отнесённые по результатам испытания методом сжигания к группе целлюлозных волокон, подвергали дополнительному химическому анализу. На первом этапе образец помещали в пробирку, добавляли 5 ml 10 %-ного раствора серной кислоты и выдерживали при комнатной температуре в течение 10 минут. После этого обработанный образец отжимали и обрабатывали 10 %-ным раствором ферроцианида калия. Отсутствие изменения окраски волокна указывало на отсутствие в образце льняного волокна.

На следующем этапе волокна подвергали воздействию концентрированного раствора соляной кислоты. Отсутствие растворения образца в течение короткого времени при комнатной температуре свидетельствовало о том, что он не относится к гидратцеллюлозным волокнам. Данный вывод был подтверждён результатами оптического микроскопического анализа.

Оптический микроскопический анализ

Для определения морфологических особенностей волокон проводили оптический микроскопический анализ. Для анализа отбирали небольшое количество волокон из промытого и высушенного образца и помещали на предметное стекло. Образец смачивали каплей дистиллированной воды и накрывали покровным стеклом.

Под микроскопом оценивали внешнюю форму волокон, морфологию поверхности, степень извитости, линейную структуру, наличие механических повреждений и морфологические признаки. Наличие характерной для хлопковых волокон извитой лентообразной формы и отсутствие гладкой цилиндрической структуры, характерной для гидратцеллюлозных волокон, подтвердили, что целлюлозные образцы состоят преимущественно из хлопковых волокон.

Обесцвечивание волокнистых отходов, окрашенных активными красителями

Обесцвечивание отходов из 100 % хлопковых волокон, окрашенных активными красителями, проводили в щелочно-восстановительной среде. При этом применяли метод термической обработки в присутствии раствора NaOH и восстановителя.

Концентрация NaOH в рабочем растворе была установлена на уровне 3 %. Количество восстановителя выбирали в диапазоне 3–6 g/l в зависимости от цвета образца. Температуру и продолжительность обработки определяли в зависимости от природы красителя и цвета образца.

После завершения обработки образцы сначала промывали горячей водой, затем тёплой и холодной водой. Промывание продолжали до полного удаления щелочной среды из образцов. Затем образцы высушивали в сушильном шкафу и оценивали степень их обесцвечивания.

Результаты и обсуждение

В процессе подготовки волокнистых отходов, полученных на текстильных и швейных предприятиях, к переработке в качестве основных критериев оценки были выбраны их волокнистый состав, морфологическая структура, отношение к химическим реагентам и склонность к обесцвечиванию. Результаты исследования показали, что непосредственное направление волокнистых отходов на отбеливание или переработку является недостаточно эффективным. Это обусловлено тем, что натуральные, синтетические и смешанные волокна, входящие в состав отходов, проявляют различную чувствительность к химическим реагентам. Поэтому предварительная идентификация, группирование, морфологическая оценка волокнистых отходов и выбор условий их обесцвечивания перед переработкой являются важными технологическими этапами.

Разделение волокон на группы методом сжигания

Для определения природы волокон первоначально применяли испытание методом сжигания. В процессе сжигания образцы были разделены на три основные группы на основании характера воспламенения волокон, скорости горения, образующегося запаха, а также цвета и формы зольного остатка.

К первой группе были отнесены образцы, интенсивно горевшие, выделявшие запах жжёной бумаги и образовывавшие светло-серую золу. Данные признаки характерны для целлюлозных волокон, в частности хлопковых, льняных или гидратцеллюлозных волокон. В образцах второй группы под воздействием пламени наблюдались плавление волокна, образование тягучей массы и её затвердевание после охлаждения в форме твёрдого шарика. Данное явление отражает термопластическую природу синтетических волокон, особенно полиэфирных и полиамидных волокон. В образцах третьей группы одновременно с появлением запаха жжёной бумаги наблюдалось образование твёрдого шарика, что указывает на наличие в их составе смеси целлюлозных и синтетических волокон. Полученные результаты представлены на рисунке 1.

Несмотря на то, что метод сжигания является быстрым и удобным, он недостаточен для окончательной идентификации волокон. Это связано с тем, что хлопковые, льняные и гидратцеллюлозные волокна могут проявлять сходные признаки в процессе горения. Поэтому результаты испытания методом сжигания необходимо подтверждать последующими химическими и микроскопическими анализами.



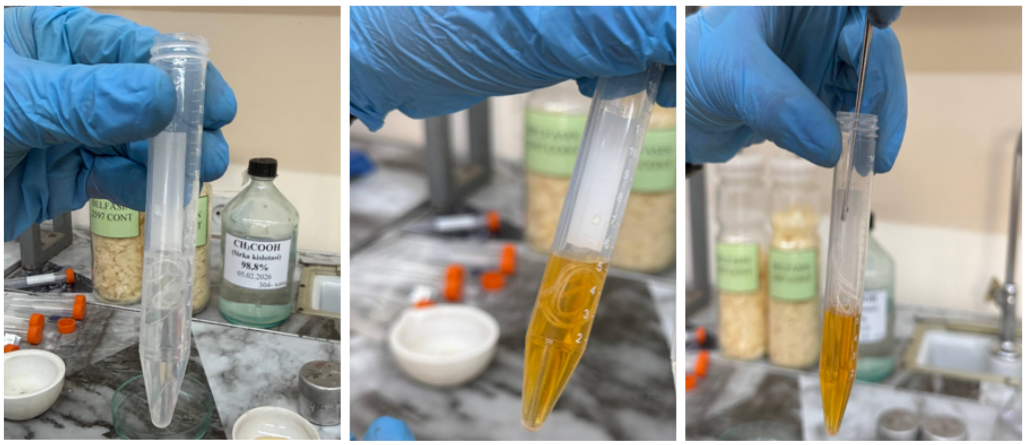
Рисунок 1. Классификация волокон по результатам испытания методом сжигания. a, b — плавление синтетических волокон и образование твердого шарика; c, d — признаки, характерные для целлюлозных и синтетических компонентов в образце смешанных волокон

Результаты химической идентификации целлюлозных волокон

Образцы, отнесённые по результатам испытания методом сжигания к группе целлюлозных волокон, дополнительно исследовали с использованием химических реагентов. Сначала образцы обрабатывали 10 %-ным раствором H_2SO_4, после чего подвергали обработке 10 %-ным раствором феррорцианида калия. Отсутствие заметного изменения окраски волокна после обработки свидетельствовало об отсутствии льняных волокон в данной группе. Полученные результаты представлены на рисунке 2.

Также было установлено, что образцы не растворялись в концентрированном растворе HCl в течение короткого времени при комнатной температуре. Это свидетельствовало о том, что они не относятся к гидратцеллюлозным волокнам. По результатам химического анализа в составе волокон первой группы льняные и гидратцеллюлозные волокна не были обнаружены. Следовательно, было установлено, что волокна данной группы состоят преимущественно из хлопковых волокон.

Данный результат имеет важное практическое значение и показывает, что отходы, состоящие из 100 % хлопковых волокон, могут использоваться на последующих стадиях в качестве перспективного вторичного сырья для обесцвечивания, отбеливания, получения производных целлюлозы, а также для различных процессов химической модификации.



a **b** **c**

Рисунок 2. Этапы процесса химической идентификации текстильных волокон: a — исходный образец; b — образец после обработки 10 %-ным раствором H_2SO_4; c — образец после обработки 10 %-ным раствором ферроцианида калия

Результаты микроскопического анализа

Для подтверждения результатов химической идентификации был проведён оптический микроскопический анализ. Под микроскопом у волокон первой группы наблюдались характерная для хлопковых волокон извитая лентообразная форма, неровная поверхность и морфологические признаки, свойственные натуральным целлюлозным волокнам. Гладкая, однородная и цилиндрическая структура, характерная для гидратцеллюлозных волокон, не была обнаружена. Полученные результаты представлены на рисунке 3.

Результаты микроскопического анализа согласовывались с выводами химических испытаний и подтвердили отсутствие гидратцеллюлозных волокон в образцах первой группы. Это показывает, что комплексное применение методов сжигания, химической идентификации и оптической микроскопии является эффективным подходом для точной оценки состава волокнистых отходов.



Рисунок 3. Вид волокон под оптическим микроскопом

Кроме того, микроскопический анализ позволяет оценить степень механического повреждения волокон. Наличие изгибов, неровностей поверхности и признаков деформации свидетельствует о том, что волокна подвергались механическому воздействию в процессе производства либо раскроя и швейной обработки. Такие волокна целесообразно направлять не на получение высококачественной пряжи, а на производство бумаги, нетканых материалов, сорбентов или производных целлюлозы.

Результаты определения состава тканей из смешанных волокон

При определении состава волокнистых отходов третьей группы ткань предварительно разделяли на нити основы и утка. Каждый тип нитей анализировали отдельно. Такой подход является научно обоснованным, поскольку в тканях в направлениях основы и утка могут использоваться нити различного состава.

При обработке образца смешанного волокнистого материала 70 %-ным раствором H_2SO_4 при температуре 40 °C хлопковый компонент растворялся, тогда как полиэфирные волокна сохранялись в виде нерастворимого остатка. Содержание полиэфирного волокна в смеси рассчитывали путём определения массы высушенного остатка.

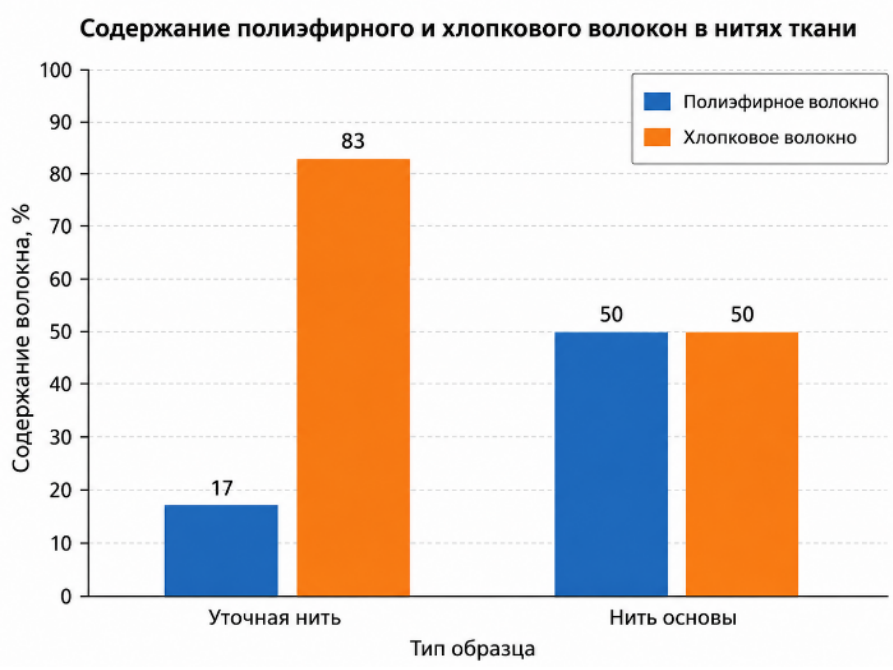


Рисунок 4. Содержание хлопковых и полиэфирных волокон в составе ткани из смешанных волокон

Как видно из рисунок 4, содержание полиэфирного волокна в уточных нитях составило 17 %, тогда как в нитях основы — 50 %. Этот результат свидетельствует о том, что волокнистый состав ткани в направлениях основы и утка неодинаков. Более высокое содержание полиэфира в нитях основы может быть связано с необходимостью обеспечения механической прочности и размерной стабильности ткани. Повышенная доля хлопка в уточных нитях, в свою очередь, может быть обусловлена приданием ткани гигроскопичности, мягкости и гигиенических свойств.

Данный результат имеет большое значение при переработке отходов из смешанных волокон, поскольку оценка всей ткани как материала с единым составом не в полной мере отражает её фактическую структуру. Особенно важно предварительно определять соотношение хлопкового и полиэфирного компонентов при химической переработке, поскольку их взаимодействие с химическими реагентами существенно различается.

Результаты процесса обесцвечивания

Отходы из 100 % хлопковых волокон, окрашенные активными красителями, подвергали обесцвечиванию в щелочно-восстановительной среде. В процессе обработки раствор NaOH способствовал ослаблению связей между красителем и волокном, а восстановитель — разрушению хромофорных групп красителя. В результате интенсивность окраски волокон снижалась. Полученные результаты представлены в рис.5.

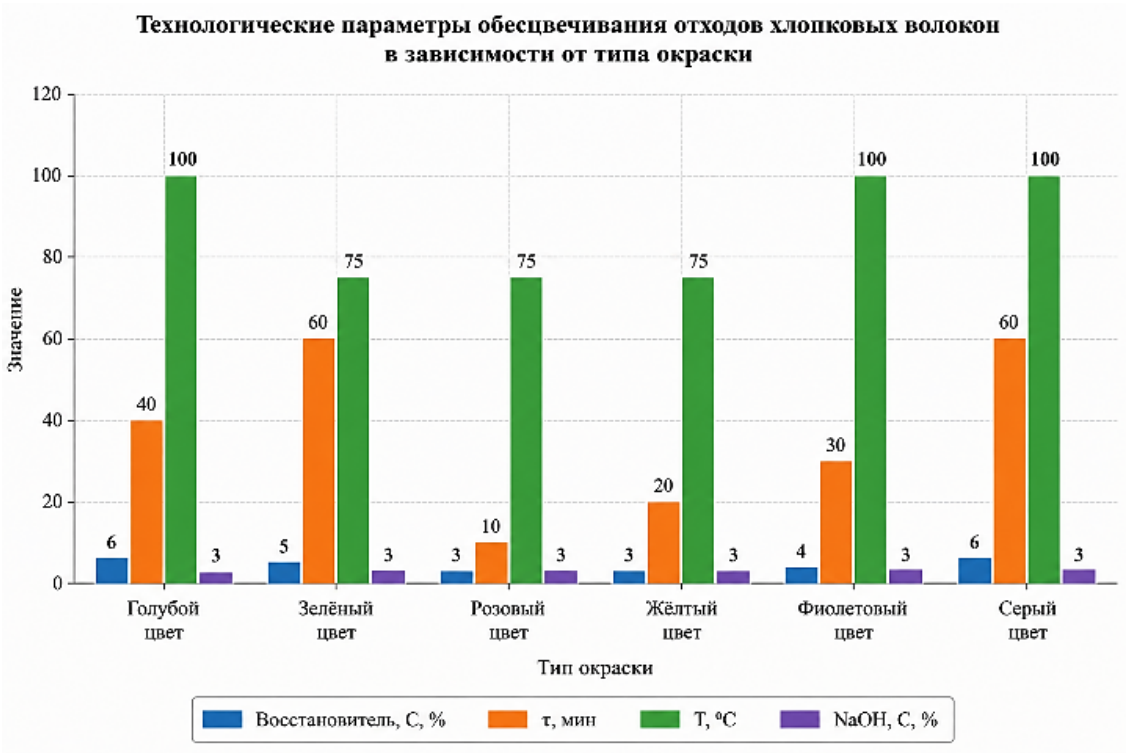


Рисунок 5. Оптимальные технологические параметры обесцвечивания отходов хлопковых волокон, окрашенных активными красителями

Согласно результатам, представленным в рисунок 5, условия обесцвечивания отходов хлопковых волокон, окрашенных активными красителями, различаются в зависимости от цвета образца. Несмотря на то, что для всех образцов концентрация NaOH была установлена на уровне 3 %, количество восстановителя, температура и продолжительность обработки изменялись в зависимости от химической природы красителя и устойчивости его хромофорных групп. Для обесцвечивания голубых и серых образцов требовалась обработка при высокой температуре, а именно 95–100 °C, в присутствии 6 % восстановителя. Это свидетельствует о более высокой устойчивости красителей, использованных для получения данных цветов, к воздействию щелочно-восстановительной среды. Розовые и жёлтые образцы эффективно обесцвечивались при температуре 75 °C, при меньшем количестве восстановителя и за более короткое время. Это объясняется относительно более лёгким

разрушением их хромофорной системы. Зелёные и фиолетовые образцы занимали промежуточное положение, и для их обесцвечивания требовалось более продолжительное время или более высокая температура. В целом полученные результаты показывают, что обесцвечивание хлопковых волокнистых отходов различной окраски в одинаковых условиях является нецелесообразным и для каждой цветовой группы необходимо подбирать отдельный технологический режим. Такой подход позволяет снизить расход реагентов и энергии, ограничить избыточную деструкцию целлюлозных волокон и получить высококачественное вторичное сырьё.

Заключение

1. Проведённые исследования показали необходимость комплексной оценки волокнистого состава и морфологических характеристик волокнистых отходов, образующихся на текстильных и швейных предприятиях, до их направления на переработку.

2. Результаты испытания методом сжигания, химической идентификации и оптического микроскопического анализа позволили дифференцировать целлюлозные, синтетические и смешанные волокнистые отходы. В частности, отсутствие льняных и гидратцеллюлозных волокон в образцах, отнесённых к группе целлюлозных волокон, подтвердило, что они состоят преимущественно из хлопковых волокон. Это позволяет рассматривать такие отходы как перспективное вторичное сырьё для обесцвечивания, отбеливания и получения производных целлюлозы.

3. Результаты анализа тканей из смешанных волокон показали, что их состав неодинаков по направлениям ткани: в уточных нитях содержание полиэфирного волокна составило 17 %, хлопкового волокна — 83 %, тогда как в нитях основы содержание полиэфирных и хлопковых волокон составило по 50 %. Установлено, что при обесцвечивании отходов хлопковых волокон, окрашенных активными красителями, щелочно-восстановительная среда в присутствии 3 % NaOH является эффективной, однако количество восстановителя, температура и продолжительность обработки должны подбираться в зависимости от цвета образца.

4. Таким образом, сортировка волокнистых отходов по составу, типу окраски и химической устойчивости является важным условием повышения эффективности их переработки, снижения расхода реагентов и получения высококачественной вторичной продукции.

Настоящая работа выполнена в 2026 году в лаборатории «Химия и технология целлюлозы и её производных» Института химии и физики полимеров АН РУз в рамках прикладного проекта AL-11725099248 «Разработка буровых растворов для нефтяных скважин на основе отходов текстильных предприятий».

Список литературы

1. Abrishami C., Shirali A., Sharples N.E., Kartal G., Macintyre L., Doustdar O. Textile Recycling and Recovery: An Eco-friendly Perspective on Textile and Garment Industries Challenges // Textile Research Journal. – 2024. – T. 94. – P. 2815–2834. – DOI: 10.1177/00405175241247806.

2. Abrishami C., Shirali A., Sharples N. et al. Textile Recycling and Recovery: An Eco-Friendly Perspective on Textile and Garment Industries Challenges // Textile Research Journal. – 2024. – T. 94, № 20. – P. 2334–2354. – DOI: 10.1177/00405175241247806.
3. Alves D.I., Barreiros M., Fangueiro R., Ferreira D.P. Valorization of Textile Waste: Non-Woven Structures and Composites // Frontiers in Environmental Science. – 2024. – T. 12. – DOI: 10.3389/fenvs.2024.1365162.
4. Baloyi R.B., Gbadeyan O.J., Sithole B., Chunilall V. Recent advances in recycling technologies for waste textile fabrics: a review // Textile Research Journal. – 2024. – T. 94, № 3–4. – P. 508–529. – DOI: 10.1177/00405175231210239.
5. Briga-Sá A., Nascimento D., Teixeira N. et al. Textile Waste as an Alternative Thermal Insulation Building Material Solution // Construction and Building Materials. – 2013. – T. 38. – P. 155–160. – DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2012.08.037.
6. Cai Z., Faruque M.A., Kiziltas A., Mielewski D., Naebe M. Sustainable Lightweight Insulation Materials from Textile-Based Waste for the Automobile Industry // Materials. – 2021. – T. 14, № 5. – DOI: 10.3390/ma14051241.
7. Cao H., Ludwig K., Cobb K., Scott C., Jin Y., Knight B., Burrichter M., Shen H. Development and Evaluation of Biodegradable Weed Control Mulch Mats from End-of-Use Cotton Waste // Sustainability. – 2024. – T. 16. – DOI: 10.3390/su16167083.
8. Choudhury K. Recycling of Blended Fabrics for a Circular Economy of Textiles: Separation of Cotton, Polyester, and Elastane Fibers // Sustainability. – 2024. – T. 16, № 14. – DOI: 10.3390/su16146206.
9. Costa C., Viana A., Silva C., Marques E.F., Azoia N.G. Recycling of Textile Wastes, by Acid Hydrolysis, into New Cellulosic Raw Materials // Waste Management. – 2022. – T. 153. – P. 99–109. – DOI: 10.1016/j.wasman.2022.08.019.
10. Faysal, Г.М., Azad T.H.C., Repon M.P. Sustainable Yarn Production Using Leftover Fabric from Apparel Industries // Heliyon. – 2022. – T. 8, № 11. – DOI: 10.1016/j.heliyon.2022.e11377.
11. Harter, T., Wagner A., Weissensteiner A., Hirn U. Back to Rags: Producing Packaging Paper from Post-Consumer Textile Waste // Journal of Cleaner Production. – 2025. – T. 525. – DOI: 10.1016/j.jclepro.2025.146524.
12. Homem, H.C., Amorim, M.T.P. Synthesis of cellulose acetate using as raw material textile wastes // Materials Today: Proceedings. – 2020. – T. 31. URL: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S221478532030599X (дата обращения: 01.10.2026).
13. Islam, C., Bhat G. Environmentally-Friendly Thermal and Acoustic Insulation Materials from Recycled Textiles // Journal of Environmental Management. – 2019. – T. 251. – DOI: 10.1016/j.jenvman.2019.109536.
14. Islam, M.M., Yin R., West A. A Brief Review of Mechanical Recycling of Textile Waste // Textiles. – 2025. – T. 5, № 4. – DOI: 10.3390/textiles5040041.
15. Jamshaid, X., Hussain U., Mishra R. и др. Turning Textile Waste into Valuable Yarn // Cleaner Engineering and Technology. – 2021. – T. 5. – DOI: 10.1016/j.clet.2021.100341.

16. Kamboj, A., Mahajan S., Prakash C. и др. Development of Nonwoven Mulch Mats from Textile Waste and Its Performance Assessment on for Chilli Crop // Polymer Bulletin. – 2024. – Т. 81. – P. 16103–16120. – DOI: 10.1007/s00289-024-05453-0.
17. Kim, T, Kim D., Park Y. Recent Progress in Regenerated Fibers for ‘Green’ Textile Products // Journal of Cleaner Production. – 2022. – Т. 376. – DOI: 10.1016/j.jclepro.2022.134226.
18. Nayak, P., Houshyar S., Patnaik A. и др. Sustainable Reuse of Fashion Waste as Flame-Retardant Mattress Filling with Ecofriendly Chemicals // Journal of Cleaner Production. – 2020. – Т. 251. – DOI: 10.1016/j.jclepro.2019.119620.
19. Ndagano, У.Н., Afolabi A.C., Sadiku E.P. The Current State-of-the-Art of the Processes Involved in Chemical Recycling of Textile Waste // Molecules. – 2025. – Т. 30, № 2. – DOI: 10.3390/molecules30020299.
20. Rahaman, M.S., Nahar, S.S., Islam, J.M., Samadder, R., Rahaman, M.S., Chadni, R.K., Khan, M.A. (2022). Research Article Utilization of Waste Textile Cotton by Synthesizing Sodium Carboxymethyl Cellulose: An Approach to Minimize Textile Solid Waste. – DOI: 10.1155/2022/4255409.
21. Rahman, S.S., Siddiqua S., Cherian C. “Sustainable Applications of Textile Waste Fiber in the Construction and Geotechnical Industries: A Retrospect” Cleaner Engineering and Technology 6 (2022): 100420. – DOI: 10.1016/j.clet.2022.100420.
22. Rahman, S.S., Siddiqua S., Cherian C. “Sustainable Applications of Textile Waste Fiber in the Construction and Geotechnical Industries: A Retrospect” Cleaner Engineering and Technology 6 (2022): 100420. – DOI: 10.1016/j.clet.2022.100420.
23. Ribul, M., Lanot A., Pisapia C.T., Purnell P. McQueen Mason S.J., and Baurley S. “Mechanical, Chemical, Biological: Moving Towards Closed-Loop Bio-Based Recycling in a Circular Economy of Sustainable Textiles” Journal of Cleaner Production 326 (2021): 129325. – DOI: 10.1016/j.jclepro.2021.129325.
24. Rubino, C. “Rethinking the Design of Upholstered Seating from a Circular and Acoustics-Conscious Perspective” Building and Environment 287 (2026): 113840. – DOI: 10.1016/j.buildenv.2025.113840.
25. Ute, T.B., Celik P., Uzumcu M.B. “Utilization of Cotton Spinning Mill Wastes in Yarn Production” in Textile Industry and Environment, ed. A. Körlü, IntechOpen (2019). – DOI: 10.5772/intechopen.85127.
26. Utebay B., Chelik P., Chay A. Effects of cotton textile waste properties on recycled fibre quality // Journal of Cleaner Production. – 2019. – Т. 222. – P. 29–35. – DOI: 10.1016/j.jclepro.2019.03.033.
27. Wang, C., Su, J., Liu, T., Ge, S., Liew, R.K., Zhang, H. & Fan, W. A sustainable strategy to transform cotton waste into renewable cellulose fiber self-reinforcing composite paper // Journal of Cleaner Production, 429, 139567. – 2023. – DOI: 10.1016/j.jclepro.2023.139567.

Статья поступила в редакцию: 09.08.2026
Статья принята к публикации: 16.08.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 547.057; 665.652.72

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23299

Технологические направления переработки этиленсодержащего контактного газа

Турсунова Наргиза Самаритдиновна
PhD, доц.
кафедры химия полимеров и химическая технология, Самаркандский государственный университет имени Шарофа Рашидова
Республика Узбекистан, г. Самарканд
E-mail: t-nargiza2019@mail.ru

Technological directions for processing ethylene-containing contact gas

Tursunova Nargiza Samaritdinovna
PhD, Associate Professor
Department of Polymer Chemistry and Chemical Engineering, Samarkand State University named after Sharof Rashidov
Republic of Uzbekistan, Samarkand

Аннотация

В статье рассмотрены современные научно-технологические подходы к получению и дальнейшему использованию этилена, образующегося в процессе окислительной конденсации метана (ОКМ). Цель работы заключается в системном анализе двух основных направлений переработки контактного газа: выделения концентрированного этилена в качестве самостоятельного товарного продукта и непосредственного использования этиленсодержащего газа в последующих нефтехимических синтезах. Проанализированы состав контактного газа, особенности образования целевых углеводородов C_2, а также побочных продуктов глубокого окисления – CO и CO_2. Рассмотрены основные стадии подготовки газового потока, включающие охлаждение и конденсацию водяного пара, удаление диоксида углерода, глубокую осушку, отделение метана и фракционирование смеси этана и этилена. Особое внимание уделено научным основам грубой и тонкой очистки контактного газа от соединений CO_x. Обоснована последовательность технологических операций, предусматривающая конверсию CO водяным паром, химическую абсорбцию образовавшегося CO_2 растворами карбоната калия или аминов и последующее метанирование остаточного CO. Показано, что эффективность очистки определяется

Библиографическое описание: Турсунова Н.С. Технологические направления переработки этиленсодержащего контактного газа // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23299

составом газа, температурой, давлением, концентрацией кислорода, свойствами катализатора и энергозатратами на регенерацию абсорбента. Установлено, что выбор технологической схемы должен осуществляться с учётом селективности процесса ОКМ, требований последующего синтеза и общего энергетического баланса производства.

Abstract

The article examines modern scientific and technological approaches to the production and further use of ethylene formed in the process of oxidative condensation of methane (OCM). The aim of the work is to carry out a systematic analysis of two main directions of contact gas processing: the extraction of concentrated ethylene as an independent commercial product and the direct use of ethylene-containing gas in subsequent petrochemical syntheses. The composition of the contact gas, the features of the formation of target hydrocarbons C_2, as well as by-products of deep oxidation – CO and CO_2 were analyzed. The main stages of gas flow preparation are considered, including cooling and condensation of water vapor, removal of carbon dioxide, deep drying, separation of methane and fractionation of a mixture of ethane and ethylene. Particular attention is given to the scientific principles of coarse and fine purification of contact gas from CO_x compounds. A sequence of process operations is substantiated, which includes CO_2 conversion with water vapor, chemical absorption of the resulting CO_2 with potassium carbonate or amine solutions, and subsequent methanation of the residual CO. It has been shown that the cleaning efficiency is determined by the gas composition, temperature, pressure, oxygen concentration, catalyst properties and energy consumption for absorbent regeneration. It has been established that the choice of the process flow chart should be carried out taking into account the selectivity of the OCM process, the requirements of subsequent synthesis and the overall energy balance of production.

Ключевые слова: метан, этан, этилен, диоксид углерода, контактный газ.

Keywords: methane, ethane, ethylene, carbon dioxide, contact gas.

Введение

Рациональное использование запасов природного газа, прямая конверсия метана в продукты с высокой добавленной стоимостью и формирование альтернативной сырьевой базы нефтехимической промышленности относятся к важнейшим научно-практическим направлениям современной химической технологии [1,2]. В традиционных технологиях метан сначала преобразуют в синтез-газ, а затем в ходе многостадийных процессов получают олефины или жидкие углеводороды. Несмотря на высокий уровень промышленного освоения, такой подход характеризуется значительными энергозатратами, высокими рабочими температурами, сложностью аппаратурного оформления и дополнительными выбросами диоксида углерода [3,4,5].

Природный газ является одним из важнейших сырьевых материалов в современной химической, топливно-энергетической промышленности [6,7,8,9]. Его основным компонентом является метан, который благодаря высокому содержанию водорода, простой молекулярной структуре, высокой температуре сгорания и широкому распространению имеет особое значение не только как источник энергии, но и как исходный материал для

многостадийных органических и нефтехимических синтезов [10,11]. Проблема эффективного использования природного газа особенно актуальна в направлении прямой конверсии метана в ценные углеводороды, включая этан, этилен и другие продукты C2+. Окислительная конденсация метана (ОКМ, в международной литературе OCM) является одним из наиболее изученных научно-технических направлений в этом отношении.

Материалы и методы

Окислительная конденсация метана – перспективный нефтехимический метод, направленный на прямую конверсию метана, основного компонента природного газа, в углеводороды C_2, прежде всего этилен и этан. Этот процесс рассматривается как альтернатива традиционному паровому крекингу, поскольку позволяет активировать молекулу метана без стадии синтез-газа и получать высокоценные олефины. Однако промышленная применимость процесса ОКМ определяется не только активностью катализатора, но и тепловым режимом реактора, разделением продуктовых газов, интеграцией контактного газа в последующие химические процессы и общим энергетическим балансом.

Контактный газ данного состава образуется непосредственно в реакторах ОКМ, а также встречается в технологических потоках установок каталитического и термического пиролиза легких углеводородов, парциального окисления природного газа и промысловых установок комплексной подготовки газа.

Современный научно-технический анализ показывает, что исследования в области ОКМ развиваются одновременно в трех направлениях: создание высокоселективных катализаторов, интенсификация реакторов и экономичное использование продуктового газа. Поэтому в данной статье систематически анализируются две основные технологические концепции производства этилена – экстракция концентрированного этилена и использование этилена в контактном газе для последующих синтезов.

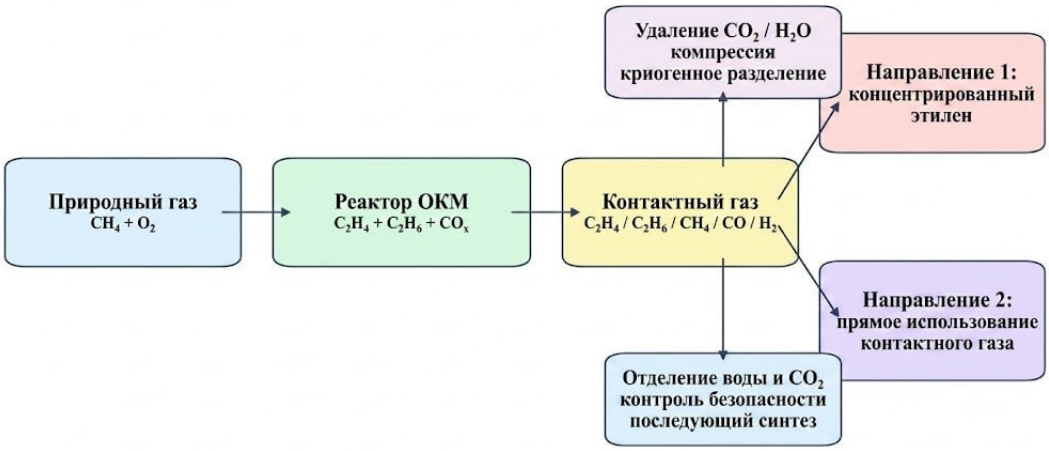


Рисунок 1. Два технологических направления получения и использования этилена из продуктового газа ОКМ

В первом технологическом направлении этилен отделяется от газовой смеси из реактора ОКМ в качестве отдельного товарного продукта. Отделенный этилен используется в качестве универсального сырья для производства полиэтилена, этиленоксида, этилбензола,

винилацетата, этаноламинов и других высокоценных продуктов органического синтеза. Таким образом, направление получения концентрированного этилена является наиболее очевидным вариантом с точки зрения качества продукции и рыночной стоимости и совместимо с традиционной нефтехимической инфраструктурой.

Однако основная технологическая сложность этого направления объясняется многокомпонентным составом контактного газа. Помимо C_2H_4 и C_2H_6, продукт ОКМ может содержать следы CH_4, CO, CO_2, H_2, H_2O, O_2 и инертных газов. Поэтому для отделения этилена до уровня чистоты полимеризации необходимы такие стадии, как конденсация воды, очистка CO_2 или адсорбционное разделение, сушка газа, прессование, криогенная деметанизация, деэтанизация и разделение C_2H_4/C_2H_6.

Одним из наиболее сложных этапов с промышленной точки зрения является разделение этана и этилена. Поскольку температуры кипения этих компонентов близки друг к другу, требуются высокое давление, низкая температура и многократное выпрямление теоретических тарелок. В результате, на установку разделения может приходиться значительная часть общих капитальных затрат и потребления электроэнергии после реактора ОКМ.

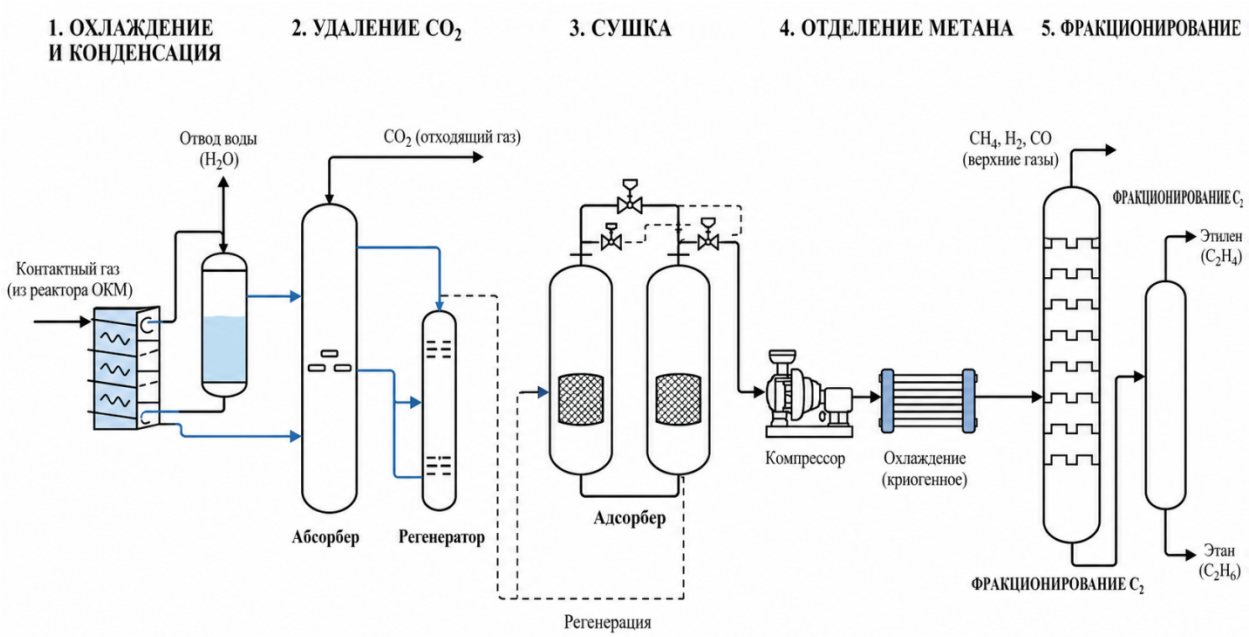


Рисунок 2. Основные технологические этапы производства концентрированного этилена

Первоначально газовый поток охлаждается и конденсируется. На этом этапе водяной пар и избыточное тепло, содержащиеся в газе, удаляются с помощью теплообменника и сепаратора. Основные проблемы здесь заключаются в образовании коррозионной среды и эффективном использовании тепла. На следующем этапе CO_2 отделяется от газа. Это делается с помощью аминной очистки, очистки карбонатным раствором или адсорбционных методов. В этом процессе важно выбрать правильное решение и сократить энергопотребление при его рекуперации. На третьем этапе газ тщательно осушается. Влага в газе может привести к образованию льда в криогенных устройствах и засорению трубопроводов. Таким образом, водяной пар полностью удерживается с помощью

молекулярных сит и адсорбентов. Это требует периодической регенерации адсорбента. Четвертый этап – это процесс разделения метана, в ходе которого метан, водород и оксид углерода отделяются от фракции C_2. Главный недостаток этого процесса заключается в том, что он требует очень низких температур и больших затрат энергии на компрессоры.

На заключительном этапе этилен и этан из фракции C_2 разделяются друг от друга. Главная технологическая проблема на этом этапе высокое энергопотребление и необходимость рециркуляции отделенного этана.

Метод получения концентрированного этилена может быть наиболее эффективным при интеграции с высокопроизводительными комплексами по производству полимеров. В этом случае качество продукта будет высоким, но экономическая выгода от процесса будет зависеть от выхода C_2 катализатора ОКМ, коэффициента извлечения метана, энергопотребления криогенной сепарационной установки и решений по сокращению выбросов CO_2.

Результаты и обсуждения

Наряду с целевыми продуктами C_2, образуются также продукты глубокого окисления. Селективность процесса определяется конкуренцией между связыванием метильных радикалов, окислительным дегидрированием этана и последующим окислением этилена. Следовательно, нагрузка на установку очистки контактного газа будет напрямую зависеть от селективности реактора и потребления кислорода.

$2CH_4 + O_2 \rightarrow C_2H_4 + 2H_2O$ ($\Delta H < 0$)

Целевая область: образование этилена

$2CH_4 + 0{,}5O_2 \rightarrow C_2H_6 + H_2O$ ($\Delta H < 0$)

Вспомогательный путь: образование этана

$2CH_4 + 3O_2 \rightarrow 2CO + 4H_2O$

$CH_4 + 2O_2 \rightarrow CO_2 + 2H_2O$

$C_2H_4 + 3O_2 \rightarrow 2CO_2 + 2H_2O$

Представленные реакции показывают, что снижение уровней CO и CO_2 – это не только вопрос очистки газа, но и тесно связанное с тепловым режимом реактора, локальной концентрацией кислорода, окислительно-восстановительными свойствами катализатора и контролем времени контакта.



Рисунок 3. Схематическое решение процесса ОКМ и направление контактного газа, содержащего этилен, на последующие синтезы

Превращение CO в CO_2 с помощью водяного пара, отделение образовавшегося CO_2 методом химической абсорбции и снижение остаточного CO до уровня ppm путем метанирования. Такая последовательность снижает токсическое воздействие CO в последующих каталитических процессах и позволяет контролировать реакционную способность и свойства безопасности газа.

$CO + H_2O \rightleftarrows CO_2 + H_2$ ΔH °298 = -41 кДж/моль

Поскольку реакция конверсии водяного газа является экзотермической, при низких температурах равновесие смещается в сторону образования CO_2 и H_2, тогда как при высоких температурах скорость реакции возрастает.

$2CO \rightleftarrows CO_2 + C$

На стадии метанирования восстановление CO до CH_4 происходит с высокой селективностью на катализаторах на основе никеля. Важным требованием здесь является предварительное удаление остаточного кислорода, соединений серы и следов хлора, поскольку они восстанавливают активные центры никелевого катализатора.

$CO + 3H_2 \rightarrow CH_4 + H_2O$ ($\Delta H < 0$)

Экзотермичность метанирования также вызывает особую обеспокоенность: резкое повышение температуры в потоке с высокой концентрацией CO создает риск спекания катализатора и локального перегрева.

Образующийся в результате конверсии CO_2 отделяется от контактного газа методом химической абсорбции. Для очистки контактного газа ОКМ можно использовать раствор карбоната калия (поташа), моноэтаноламин (МЭА), метилдиэтаноламин (МДЭА) и другие растворы аминов или модифицированных карбонатов. По мере увеличения парциального давления CO_2 под высоким давлением возрастает движущая сила процесса абсорбции, что позволяет уменьшить размеры абсорбера и расход раствора.

$K_2CO_3 + CO_2 + H_2O \rightleftarrows 2KHCO_3$

$2RNH2 + CO_2 \rightleftarrows RNHCOO^- + RNH\ 3^+$

30 %-ного раствора K_2CO_3 заключаются в термической стабильности, относительно низкой коррозионной активности, возможности регенерации и пригодности для работы при высоких концентрациях CO_2. Хотя растворы МЭА активны при низком парциальном давлении CO_2, регенерация не всегда является наиболее экономичным решением из – за теплопотребления и проблем, связанных с окислением и деградацией. Поэтому выбор абсорбента в контактном газе ОКМ основывается не только на степени поглощения CO_2, но и на наличии следов O_2 в газе, водяного пара, углеводородов C_2, давлении и энергии регенерации.

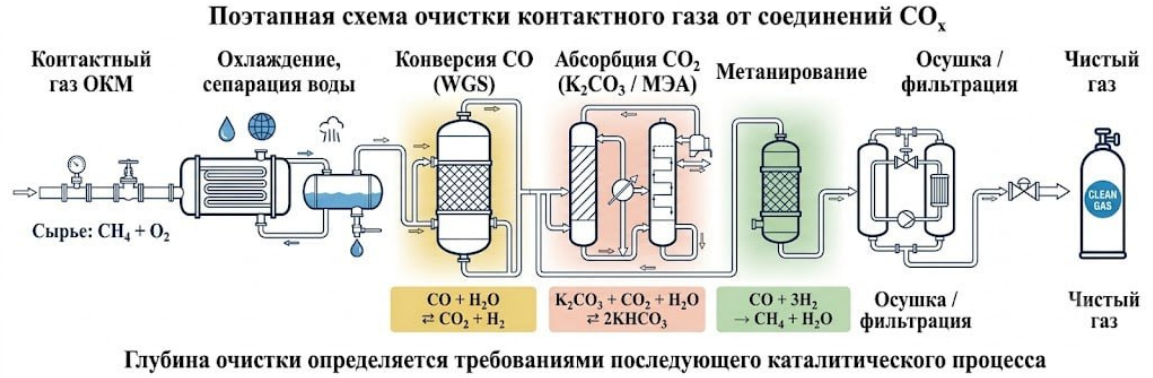


Рисунок 4. Схема очистки контактного газа от CO_x: стадии конверсии, абсорбции и метанирования

Уравнение равновесия и влияние давления

Равновесное состояние реакции превращения CO выражается через парциальные давления компонентов:

$$K_p = \frac{p_{CO_2} \cdot p_{H_2}}{p_{CO} \cdot p_{H_2O}}$$

Здесь K_p – константа равновесия реакции превращения воды в газ; p_{CO_2}, p_{H_2}, p_{CO} и p_{H_2O} – парциальные давления CO_2, H_2, CO и H_2O соответственно. Реакция протекает в газовой фазе без изменения количества молей, поэтому общее давление не вызывает резкого смещения равновесия; однако повышение давления улучшает абсорбцию CO_2 в абсорбере, увеличивает плотность газа и может уменьшить объем аппарата. Проведение процесса ОКМ при избыточном давлении около 0,15 МПа можно считать технологически приемлемым промежуточным решением. Такое давление увеличивает плотность газа без чрезмерного усложнения конструкции реактора, относительно ограничивает нагрузку на компрессор и создает благоприятные условия для оценки баланса селективности и конверсии. Однако, поскольку повышение давления влияет на последующее окисление этилена и этана, объемную интенсивность выделения тепла и запасы прочности, его следует оценивать в сочетании с кинетическим и тепловым балансами.

Заключение

Результаты анализа показывают, что экономическая эффективность процесса ОКМ в промышленности зависит не только от активности и селективности катализатора, но и от эффективной организации обработки контактного газа. Многокомпонентная смесь, выходящая из реактора, содержит этилен и этан, непрореагировавший метан, водород, воду, кислород, CO, CO_2, что значительно осложняет полимеризацию этилена.

Технология, основанная на производстве концентрированного этилена, обеспечивает получение высококачественного товарного продукта и возможность его применения в традиционном нефтехимическом производстве. Однако необходимость прессования, глубокой сушки, криогенного разделения метана и энергоемкого фракционирования смеси C_2H_4/C_2H_6 значительно увеличивает капитальные и эксплуатационные затраты. Поэтому данный подход лучше всего подходит для интеграции установки окислительной конверсии метана в крупномасштабные комплексы по производству полимеров и других продуктов на основе этилена.

Желательно использовать очищенный контактный газ, содержащий этилен, непосредственно в последующих химических синтезах без отделения этилена. Для реализации этого процесса необходимо снизить концентрацию воды, остаточного кислорода и соединений CO_x. С этой целью была предложена многоступенчатая схема очистки, включающая паровое превращение CO, абсорбцию CO_2 и метанирование остаточного CO.

Было установлено, что выбор между карбонатными абсорберами следует производить с учетом парциального давления CO_2, количества кислорода и водяного пара, коррозионной стойкости среды, стабильности раствора и энергозатрат на его регенерацию. Использование среднего избыточного давления около 0,15 МПа может улучшить условия абсорбции и уменьшить габариты оборудования, но его влияние на селективность, температурные условия и безопасность процесса должно быть всесторонне оценено.

Перспективное развитие технологии ОКМ предполагает интеграцию реактора, системы рекуперации тепла, скруббера контактного газа и последующих нефтехимических процессов. Такой подход снижает энергозатраты на глубокое разделение газовой смеси, повышает эффективность использования углеродного сырья и создает более экономичный технологический процесс для прямой переработки природного газа в ценные химические продукты.

Список литературы

1. Alkathiri R., Alshamrani A., Wazeer I., Boumaza M. Hadj-Kali M.K. Optimization of the oxidative coupling of methane process for ethylene production // Processes. – 2022. – Т. 1085, № 6.
2. Da Ros S., Fontoura T.B., Schwaab M. de Jesus N.J.C., Pinto J.C. Oxidative coupling of methane for ethylene production: reviewing kinetic modelling approaches, thermodynamics and catalysts // Processes. – 2021. – Т. 2196, № 12.
3. Dummer N.F. et al. Methane oxidation to methanol // Chemical Reviews. – 2022. – Т. 123.

4. Freakley S.J. et al. Methane oxidation to methanol in water // Accounts of Chemical Research. – 2021. – T. 54.
5. Godini H.R., Bhasin M.M. Oxidative coupling of methane: a review study on the catalytic performance // Molecules. – 2024. – T. 4649, № 19.
6. Liu J., Yue J., Lv M., Wang F., Cui Y., Zhang Z., Xu G. From fundamentals to chemical engineering on oxidative coupling of methane for ethylene production: a review // Carbon Resources Conversion. – 2022. – № 2022.
7. Ortiz-Bravo C.A., Sadegh-Vaziri R., Mota N., Subramanian S., Harold M.P., Baltrusaitis J. Oxidative coupling of methane (OCM): an overview of the challenges and opportunities for developing new technologies // Journal of Natural Gas Science and Engineering. – 2021. – T. 104254.
8. Perez Ortiz, A., Penteado, A., Karsten, T., Esche, E., Grigull, V., Schomäcker, R., Repke, J.-U. Autothermal oxidative coupling of methane: Steady-state multiplicity over Mn–Na2WO4/SiO2 at mini-plant scale // Chemie Ingenieur Technik. – 2022. – T. 0, № 0. – P. 1–12.
9. Toraman H.E., Alexopoulos K., Oh S.C., Cheng S., Liu D., Vlachos D.G. Ethylene production by direct conversion of methane over isolated single active centers // Chemical Engineering Journal. – 2021. – T. 130493.
10. Zhang X. et al. Radical chemistry and reaction mechanisms of propane oxidative dehydrogenation over hexagonal boron nitride catalysts // Angewandte Chemie International Edition. – 2020. – T. 59.
11. Zou S. et al. Surface coupling of methyl radicals for efficient low-temperature oxidative coupling of methane // Chinese Journal of Catalysis. – 2021. – T. 42.

БИОЛОГИЧЕСКАЯ И ФАРМАЦЕВТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Статья поступила в редакцию: 25.09.2026
Статья принята к публикации: 01.10.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 577.353.4

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23492

Влияние блокатора объем-зависимого анионного канала DCPIB на миграцию клеток C127

Исмоилова Мафтуна Алишер кизи
магистр, стажёр-исследователь Института биофизики и биохимии при НУУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: maftunaismoilova514@gmail.com
Рустамова Сарвиноз Исломовна
д-р биол. наук (PhD)
ст. науч. сотр. лаборатории Молекулярной физиологии Институт биофизики и биохимии при НУУз и доц. кафедры биофизики факультета биологии и экологии НУУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Курбанназарова Раънохон Шараповна
д-р биол. наук (DSc) проф.
зав. лаборатории Молекулярной физиологии Институт биофизики и биохимии при НУУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Мерзляк Петр Григорьевич
д-р биол. наук (DSc) проф.
зав. лаборатории Биофизики мембран Института биофизики и биохимии при НУУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Сабиров Равшан Заирович
д-р биол. наук (DSc), акад., директор Института биофизики и биохимии при НУУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Effect of the volume-sensitive anion channel blocker DCPIB on migration of C127 cells

Ismoilova Maftuna Alisher kizi
Master, Research Intern Institute of Biophysics and Biochemistry at the NUUz
Republic of Uzbekistan, Tashkent
Rustamova Sarvinoz Islamovna
PhD
in Biological Sciences Senior Researcher, Laboratory of Molecular Physiology, Institute of Biophysics and Biochemistry at the NUUz and Associate Professor, Department of Biophysics, Faculty of Biology and Ecology, NUUz
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Библиографическое описание: Влияние блокатора объем-зависимого анионного канала DCPIB на миграцию клеток C127 // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Исмоилова М.А. кизи [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23492

Kurbanazarova Ra'nokhon Sharapovna
doctor of Biological Sciences (DSc)
professor
Head of the Laboratory of Molecular Physiology
Institute of Biophysics and Biochemistry at the NUUz
Republic of Uzbekistan, Tashkent
Merzlyak Petr Grigorievich
doctor of Biological Sciences (DSc)
professor
Head of the Laboratory of Membrane Biophysics
Institute of Biophysics and Biochemistry at the NUUz
Republic of Uzbekistan, Tashkent
Sabirov Ravshan Zairovich
doctor of Biological Sciences (DSc)
academician, director of the Institute of Biophysics and Biochemistry at the NUUz
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

Актуальность исследования обусловлена необходимостью изучения роли объем-регулируемых анионных каналов в регуляции клеточной миграции. Сведения о влиянии фармакологического блокирования данных каналов на миграционные процессы остаются неоднозначными. Целью настоящего исследования было оценить влияние селективного блокатора объем-зависимого анионного канала DCPIB в концентрации 5 мкМ на миграцию клеток C127. Миграционную активность оценивали по анализу изображений монослоя клеток после нанесения раны. Для снижения вклада пролиферации в закрытие раневого пространства клетки культивировали в бессывороточной среде. Фотографирование раневого пространства проводили непосредственно после нанесения раневого дефекта, а также через 0, 24 и 48 ч. В качестве основного показателя оценивали степень закрытия раневого пространства. В контрольной группе степень закрытия раны составила 81,4±2,3 % (n=12) через 24 ч и 96,0±0,5 % (n=10) через 48 ч. При воздействии 5 мкМ DCPIB данный показатель составил 36,0±5,3 % (n=13, P<0,05) и 33,7±5,0 % (n=10, P < 0,05), соответственно. Таким образом, 5 мкМ DCPIB существенно снижал закрытие раневого пространства клетками C127 по сравнению с контролем. Полученные результаты свидетельствуют о важной роли объем-зависимого анионного канала в миграционном процессе клеток C127.

Abstract

The relevance of the study is determined by the need to investigate the role of volume-sensitiveanion channels in the regulation of cell migration. Information on the effects of pharmacological blockade of these channels on migratory processes remains ambiguous. The aim of the present study was to evaluate the effect of the selective volume-regulated anion channel blocker DCPIB at a concentration of 5 μM on C127 cell migration. Migratory activity was assessed by image analysis of the cell monolayer after wound induction. To reduce the contribution of proliferation to wound-space closure, the cells were cultured in serum-free medium. Images of the wound area were captured immediately after wound induction, as well as at 0, 24, and 48 h. The degree of wound-space closure was evaluated as the main parameter.In the control group, the degree of wound closure was 81.4±2.3 % (n=12) after 24 h and 96.0±0.5 % (n=10) after 48 h. Following

exposure to 5 μM DCPIB, this parameter was 36.0 ± 5.3 % (n=13, P<0,05) and 33.7±5.0 % (n=10, P<0,05), respectively. Thus, 5 μM DCPIB significantly reduced wound-space closure by C127 cells compared with the control. The obtained results indicate an important role of the volume-regulated anion channel in the migratory process of C127 cells.

Ключевые слова: клетки C127, DCPIB, ОЗАК, клеточная миграция, заживление раневого дефекта.

Keywords: C127 cells, DCPIB, VSOR, cell migration, Wound Healing Assay.

Введение

Миграция клеток представляет собой сложный многоэтапный процесс, включающий направленное перемещение клетки, перестройку цитоскелета, динамику клеточной мембраны и координированные изменения транспорта ионов и воды [4, 10, 11]. Для опухолевых клеток миграционная активность имеет особое значение, поскольку участвует в инвазивном росте и метастазировании, а также может быть связана с процессами ангиогенеза [16, 12, 15]. В регуляции клеточной миграции важную роль играют ионные каналы, участвующие, в частности, в поддержании и изменении клеточного объёма.

Объем-зависимый анионный канал (ОЗАК), также известный как Volume-Sensitive Outwardly Rectifying channel (VSOR) канал, является важным компонентом механизмов регуляторного уменьшения объёма клетки (Regulatory volume descrase – RVD). При осмотическом набухании активация ОЗАК способствует выходу ионов Cl^- и органических осмолитов, обеспечивая восстановление исходного объёма клетки [3, 7–9, 13, 14]. Во время миграции локальная регуляция клеточного объёма, связанная с процессами RVI (Regulatory Volume Increase) и RVD, может способствовать изменению формы клетки и её направленному перемещению [5, 6, 9]. Вместе с тем данные о функциональной роли ОЗАК в клеточной миграции остаются неоднозначными [1, 5, 6, 9]. Поэтому в настоящей работе мы исследовали влияние селективного блокатора ОЗАК – DCPIB в концентрации 5 мкМ на миграционную активность клеток C127.

Материалы и методы

В эксперименте использовали селективный блокатор ОЗАК – DCPIB (Sigma-Aldrich, США). DCPIB растворяли в диметилсульфоксиде (ДМСО) в 1000-кратной исходной концентрации. Конечная концентрация ДМСО в опытных группах не превышала 0,01 %, при этом данная концентрация растворителя не оказывала существенного влияния на исследуемые показатели. Все эксперименты проводили в соответствии с протоколами, предварительно одобренными Комитетом по биоэтике Института биофизики и биохимии.

Клетки C127 культивировали в среде Dulbecco’s Modified Eagle’s Medium (DMEM; с высоким содержанием глюкозы – 4,5 г/л, с L-глутамином, без бикарбоната натрия; Sigma-Aldrich, Cat. №.D1152-1L) с добавлением 10 % эмбриональной сыворотки теленка и антибиотиков (100 ед./мл пенициллина и 100 мг/мл стрептомицина) при температуре 37°C в атмосфере с 5 % CO_2. Концентрацию клеточной суспензии определяли с помощью

автоматического счетчика клеток Corning Cell Counter (Corning Inc., США). Жизнеспособность клеток оценивали методом окрашивания трипановым синим, и доля мёртвых клеток в суспензии не превышала 5 %.

Для оценки миграционной активности, клетки высевали в лунки 48-луночного микропланшета по 1×10^5 клеток в 500 мкл среды DMEM, содержащей 10 % эмбриональной сыворотки теленка, и инкубировали в течение 24 ч при 37 °C и 5 % CO_2. После достижения монослоем 90–100 % конфлюэнтности, на его поверхности стерильным наконечником пипетки объемом 200 мкл наносили линейный раневой дефект. Клетки, отделившиеся в результате механического повреждения монослоя, дважды осторожно отмывали фосфатным буфером (PBS, Sigma-Aldrich, Cat. №.P4417). Для снижения влияния пролиферации на закрытие раневого пространства после нанесения раневого дефекта клетки переводили в бессывороточную среду. В контрольные лунки добавляли бессывороточный DMEM, а в экспериментальные – бессывороточный DMEM, содержащий DCPIB.

Микрофотографии раневого пространства получали непосредственно после нанесения дефекта (0 ч), а также через 24 и 48 ч с использованием микроскопа ICX41F (Sunny Optical Technology, Китай) при 40-кратном увеличении, цифровой камеры HY-2307 и программного обеспечения S-EYE (Shenzhen Hayear Electronics, Китай). Полученные изображения анализировали с использованием программы *ImageJ* и плагина *Wound_healing_size_tool.ijm* [12]. Площадь и ширину раневого пространства, степень закрытия раны (*Wound Closure*, %) и скорость закрытия раневого пространства (*Rm*, мкм/ч) определяли по формулам:

$$Wound\ closure = [(A_{t=0h} - A_{t=\Delta h})/ A_{t=0h})]\ x\ 100\% \quad (1)$$

где $A_{t=0}$– исходная площадь раневого пространства после нанесения царапины (в % от общей площади изображения); $A_{t=\Delta h}$– площадь раневого пространства, определённая через Δt часов после нанесения царапины (в % от общей площади изображения).

$$R_{m} = (W_i - W_f)/t \quad (2)$$

где W_i– средняя ширина раневого пространства в начале эксперимента (пиксели); W_f – средняя ширина раневого пространства в конце эксперимента (пиксели); t– продолжительность эксперимента (ч).

Статистическую обработку данных проводили с использованием программы Origin 2021 (OriginLab, Northampton, MA, США). Все данные приведены как среднее ± стандартная ошибка для n экспериментов. Сравнения между двумя экспериментальными группами проводились с использованием t -теста Стьюдента. Различия считались статистически значимыми при $P < 0,05$.

Результаты и обсуждение

В данной работе мы использовали фиксированную концентрацию DCPIB 5 мкМ, близкую к концентрации полумаксимального блокирования ОЗАК 4,1 мкМ на линии клеток эндотелия легочной артерии быка CPAE [2].

На рисунке 1 представлены оригинальные микрофотографии закрытия раневого пространства клетками C127 в контрольной группе и при воздействии DCPIB в концентрации 5 мкМ. Площадь раны составила 366717,0±8067,3 пикселей в контроле при 0 ч, 69649,0±9959,3 пикселей через 24 ч и 15208,4±1720,7 пикселей через 48 ч инкубации. Эти данные свидетельствуют о том, что в контрольных условиях наблюдалось выраженное, зависящее от времени увеличение степени закрытия раневого пространства. Степень закрытия раны (параметр *WoundClosure*) составила 81,4±2,3 % через 24 ч и 96,0±0,5 % через 48 ч (*n*=12) (Рис. 1, 2). Таким образом, за период 24 ч наблюдалось частичное, а через 48 ч наблюдалось практически полное закрытие раны.

В присутствии 5 мкМ DCPIB закрытие раневого пространства было существенно снижено по сравнению с контролем. Через 24 ч степень закрытия раны (параметр *Wound Closure*) составила 36,0±5,3 %, а через 48 ч – 33,7±5,0 % (*n=12*). Таким образом, обработка клеток C127 DCPIB в концентрации 5 мкМ приводила к выраженному снижению способности клеток к миграции как через 24, так и через 48 ч(Рис. 1, 2). Значение параметра *Wound Closure,* измеренное через 48 ч не отличалось статистически значимо от его значения при 24 ч. Этот результат согласуется с нашими данными, полученными в контроле, когда основное закрытие раны происходит в первые 24 часа и лишь небольшое дальнейшее закрытие раны происходит в следующие 24 часа инкубации (Рис. 2).

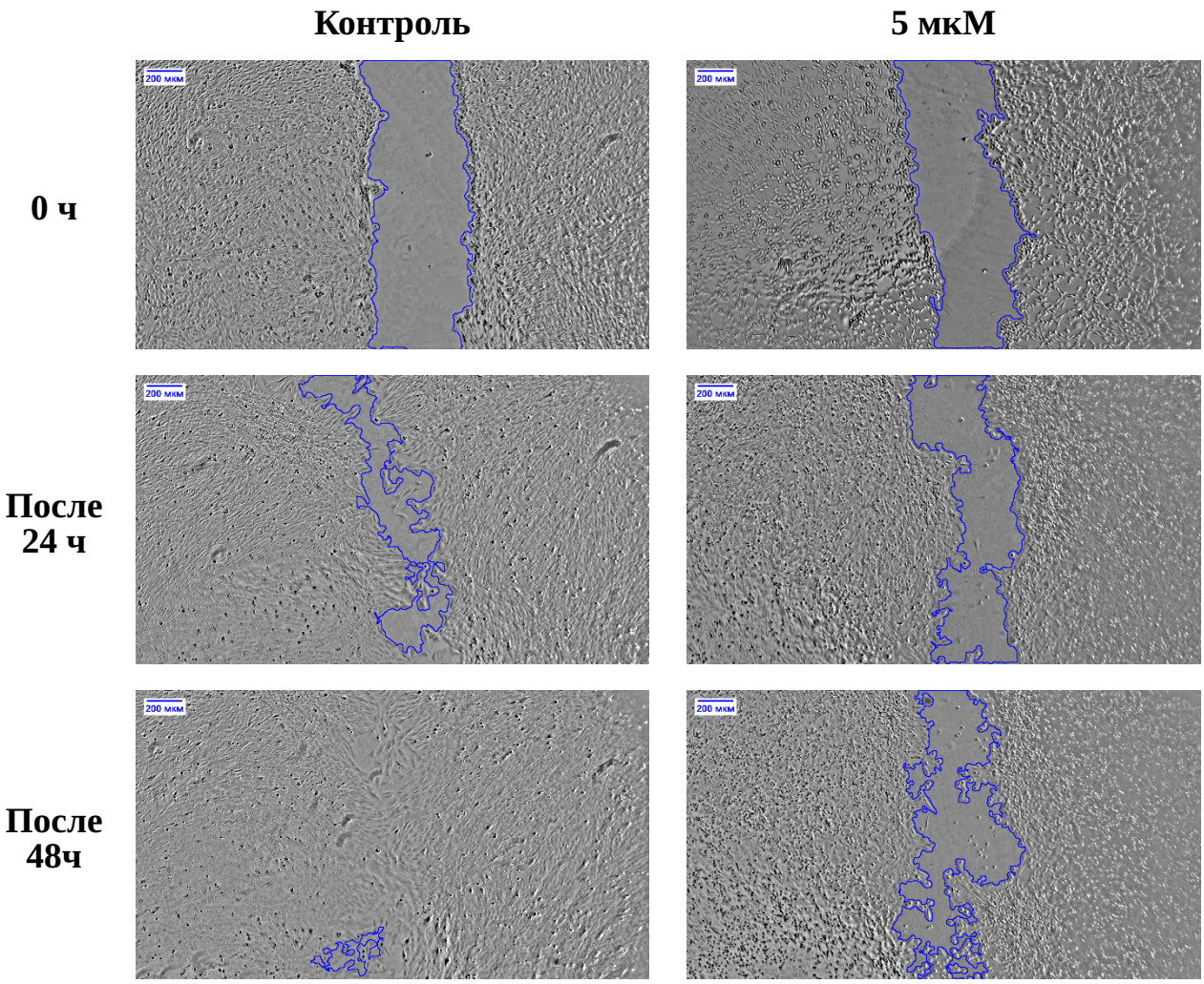


Рисунок 1. Демонстрация влияния DCPIB на миграцию клеток C127. Представлены оригинальные микрофотографии клеток C127, полученные при 40-кратном увеличении. Клетки инкубировали в течение 24 и 48 ч в присутствии DCPIB в концентрации 5 мкМ

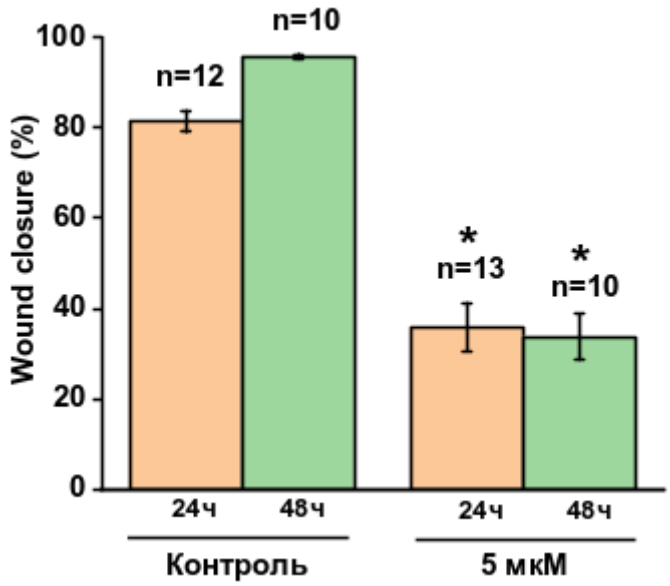


Рисунок 2. Влияние DCPIB на миграцию клеток C127. Зависимость степени закрытия раны (параметр Wound Closure) клеток C127 после 24- и 48-часовой инкубации в контроле и в присутствии 5 мкм DCPIB

** - статистически значимое различие по сравнению с контролем через 24 и 48 ч, P < 0,05. n - количество экспериментов*

Для количественной характеристики миграции также оценивали скорость закрытия раневого пространства. В контрольной группе данный показатель составил 8,8±0,4 пикселей/ч за первые 24 ч и 5,9±0,2 пикселей/ч за 48 ч. В присутствии 5 мкМ DCPIB скорость закрытия раневого пространства составляла 4,0±1,3 пикселей/ч через 24 ч и 1,3±0,5 пикселей/ч через 48 ч (рис. 3). Таким образом, воздействие DCPIB в концентрации 5 мкМ приводило к резкому снижению скорости закрытия раневого пространства клетками C127 по сравнению с контролем.

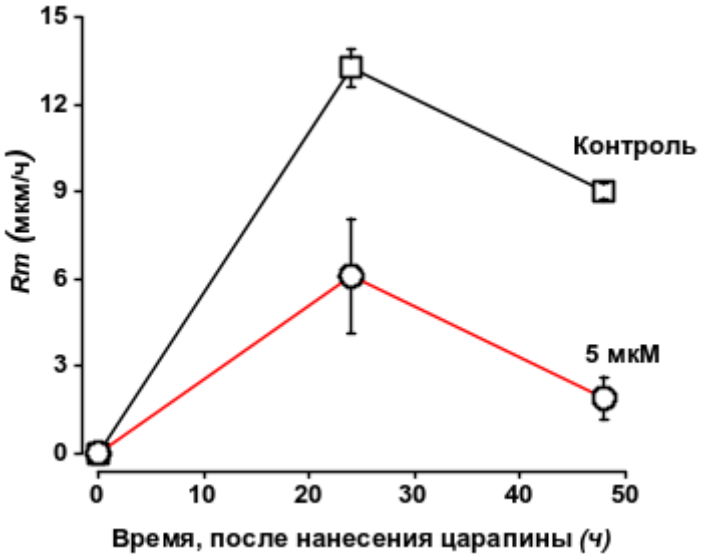


Рисунок 3. Скорость закрытия раневого пространства (Rm) клетками C127 через 24 и 48 ч после нанесения раневого дефекта в контроле и в присутствии DCPIB. Показатель Rm рассчитывался по формуле (2)

Полученные нами результаты показали выраженное снижение миграционной активности клеток C127 под воздействием селективного блокатора ОЗАК, DCPIB в концентрации 5 мкМ, что указывает на участие DCPIB-чувствительных ионных механизмов в регуляции клеточной миграции. Основным каналом, блокируемым DCPIB является ОЗАК, однако связывать данный эффект исключительно с этим транспортным путем следует с осторожностью, поскольку вклад ОЗАК может зависеть от типа клеток и условий эксперимента [5, 6]. Так, миграционная активность миобластов C2C12 и культуры клеток рака толстого кишечника HCT116 была нечувствительна ни к DCPIB, ни к подавлению экспрессии белка LRRC8A (обязательного компонента ОЗАК, исходно идентифицированного именно в этой линии) [6].

Заключение

Таким образом, воздействие DCPIB в концентрации 5 мкМ сопровождалось выраженным снижением миграционной активности клеток C127 и скорости закрытия раневого пространства. Полученные результаты свидетельствуют о значительной роли объем-активируемого анионного транспорта, а именно канала ОЗАК, в миграционной активности клеток рака молочной железы C127 мыши. Дальнейшие исследования, включающие генетическое подавление экспресси белка LRRC8A как основного компонента ОЗАК будут необходимы для подтверждения роли этого анионного канала в миграционном процессе.

Список литературы

1. Cook J.R., Gray A.L., Lemarch, E. et al. LRRC8A is dispensable for a variety of microglial functions and response to acute stroke // Glia. – 2022. – T. 70, № 6. – P. 1068–1083. – DOI: 10.1002/glia.24156.
2. Decher N., Lang H.J., Nilius B., Brüggemann A., Busch A.E., Steinmeyer K. DCPIB is a novel selective blocker of ICl,swell and prevents swelling-induced shortening of guinea-pig atrial action potential duration // British Journal of Pharmacology. – 2001. – T. 134, № 7. – P. 1467–1479. – DOI: 10.1038/sj.bjp.0704413.
3. Hoffmann E.K., Holm N.B., Lambert I.H. Functions of volume-sensitive and calcium-activated chloride channels // IUBMB Life. – 2014. – T. 66, № 4. – P. 257–267. – DOI: 10.1002/iub.1266.
4. Jaeger M., Carin M., Medale M., Tryggvason G. The osmotic migration of cells in a solute gradient // Biophysical Journal. – 1999. – T. 77, № 3. – P. 1257–1267. – DOI: 10.1016/S0006-3495(99)76977-8.
5. Liu H., Polovitskaya M.M., Yang L. et al. Structural insights into anion selectivity and activation mechanism of LRRC8 volume-regulated anion channels // Cell Reports. – 2023. – T. 42, № 8. – Art. 112926. – DOI: 10.1016/j.celrep.2023.112926.
6. Liu T., Stauber T. The volume-regulated anion channel LRRC8/VRAC is dispensable for cell proliferation and migration // International Journal of Molecular Sciences. – 2019. – T. 20, № 11. – Art. 2663. – DOI: 10.3390/ijms20112663.

7. Okada T., Islam M.R., Tsiferova N.A., Okada Y., Sabirov R.Z. Specific and essential but not sufficient roles of LRRC8A in the activity of volume-sensitive outwardly rectifying anion channel (VSOR) // Channels. – 2017. – T. 11, № 2. – P. 109–120. – DOI: 10.1080/19336950.2016.1247133.
8. Okada Y., Sato K., Numata T. Pathophysiology and puzzles of the volume-sensitive outwardly rectifying anion channel // Journal of Physiology. – 2009. – T. 587, № 10. – P. 2141–2149. – DOI: 10.1113/jphysiol.2008.165076.
9. Okada Y., Sato K., Numata T., Sabirov R.Z. Cell volume-activated and volume-correlated anion channels in mammalian cells: their biophysical, molecular, and pharmacological properties // Frontiers in Physiology. – 2016. – T. 7. – Art. 283. – DOI: 10.3389/fphys.2016.00283.
10. Pedersen S.F., Okada Y., Nilius B. Biophysics and physiology of the volume-regulated anion channel (VRAC)/volume-sensitive outwardly rectifying anion channel (VSOR) // Pflügers Archiv. – 2016. – T. 468, № 3. – P. 371–383. – DOI: 10.1007/s00424-015-1781-6.
11. Schwab A., Gabriel K., Finsterwalder F., Folprecht G., Greger R., Kramer A., Oberleithner H. Ion transport during migration of transformed Madin-Darby canine kidney cells // Pflügers Archiv. – 1995. – T. 430, № 5. – P. 802–807. – DOI: 10.1007/BF00386179.
12. Suarez-Arnedo A., Torres Figueroa F., Clavijo C., Arbeláez P., Cruz J.C., Muñoz-Camargo C. An ImageJ plugin for the high throughput image analysis of in vitro scratch wound healing assays // PLOS ONE. – 2020. – T. 15, № 7. – DOI: 10.1371/journal.pone.0232565.
13. Syeda R., Qiu Z., Dubin A.E., Murthy S.E., Florendo M.N., Mason D.E., Mathur J., Cahalan S.M., Peters E.C., Montal M. LRRC8 proteins form volume-regulated anion channels that sense ionic strength // Cell. – 2016. – T. 164, № 3. – P. 499–511. – DOI: 10.1016/j.cell.2015.12.031.
14. Voss F.K., Ullrich F., Münch J., Lazarow K., Lutter D., Mah N., Andrade-Navarro M.A. von Kries J.P., Stauber T., Jentsch T.J. Identification of LRRC8 heteromers as an essential component of the volume-regulated anion channel VRAC // Science. – 2014. – T. 344, № 6184. – P. 634–638. – DOI: 10.1126/science.1252826.
15. Zhang H., Liu R., Jing Z. et al. LRRC8A as a central mediator promotes colon cancer metastasis by regulating PIP5K1B/PIP2 pathway // Biochimica et Biophysica Acta (BBA) – Molecular Basis of Disease. – 2024. – T. 1870, № 4. – Art. 167066. – DOI: 10.1016/j.bbadis.2024.167066.
16. Zhou T., Li Y., Zang H. et al. 4-(2-Butyl-6,7-dichloro-2-cyclopentyl-indan-1-on-5-yl) oxobutyric acid inhibits angiogenesis via modulation of vascular endothelial growth factor receptor 2 signaling pathway // Frontiers in Cardiovascular Medicine. – 2022. – T. 9. – Art. 969616. – DOI: 10.3389/fcvm.2022.969616.

БИОЛОГИЯ

БИОТЕХНОЛОГИИ И БИОНАНОТЕХНОЛОГИИ

Статья поступила в редакцию: 04.09.2026
Статья принята к публикации: 21.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 579.222+628.35+631.847

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23453

Практическое внедрение цианобактериальных технологий в условиях Узбекистана

Абдумуталиева Дилнавоз Эраж кизи
магистрант
Наманганский филиал Международного университета Кимё в Ташкенте
Республика Узбекистан, г. Наманган
E-mail: dilnavozabdumutaliyeva@gmail.com

Мирзаолимова Мохизар Мухаматкарим кизи
PhD, преподаватель
кафедры фундаментальных медицинских дисциплин Наманганский филиал Международного университета Кимё в Ташкенте
Республика Узбекистан, г. Наманган
E-mail: mohizar_95@mail.ru

Камалова Гулнора Гулямовна
PhD, преподаватель
научный руководитель кафедры фундаментальных медицинских дисциплин Наманганский филиал Международного университета Кимё в Ташкенте
Республика Узбекистан, г. Наманган
E-mail: gkamalovamed1972@gmail.com

Practical implementation of cyanobacterial technologies in the conditions of Uzbekistan

Abdumutalieva Dilnavoz Erazh kizi
master's student
Namangan Branch of Kimyo International University in Tashkent
Republic of Uzbekistan, Namangan

Библиографическое описание: Абдумуталиева Д.Э. кизи, Мирзаолимова М.М. кизи, Камалова Г.Г. Практическое внедрение цианобактериальных технологий в условиях Узбекистана // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23453

Mirzaolimova Mokhizar Mukhamatkarim kizi
PhD, Lecturer
Department of Fundamental Medical Disciplines Namangan Branch of Kimyo International University in Tashkent
Republic of Uzbekistan, Namangan

Kamalova Gulnora Gulyamovna
PhD, Lecturer
scientific Supervisor, Department of Fundamental Medical Disciplines Namangan Branch of Kimyo International University in Tashkent
Republic of Uzbekistan, Namangan

Аннотация

В статье обобщены научные, технологические и организационные предпосылки практического внедрения цианобактериальных технологий в условиях Узбекистана. Цель исследования — определить применимые направления использования цианобактерий с учетом аридного климата, дефицита воды, сезонных температурных колебаний и требований биобезопасности. Методология включает аналитический обзор научных публикаций, сравнительный анализ технологических цепочек культивирования и переработки биомассы, элементы оценки жизненного цикла и концептуальное моделирование сценариев. Выделены три взаимодополняющих направления: получение биоудобрений и биостимуляторов, поддержание плодородия почв посредством биологической фиксации азота и фототрофная доочистка сточных вод с получением биомассы. Для каждого сценария определены основные технологические параметры, показатели мониторинга и ограничения масштабирования. Наиболее перспективной стартовой схемой рассматривается сочетание очистки сточных вод и получения биомассы, поскольку оно объединяет экологическую функцию с возможностью последующей валоризации. Показана необходимость контроля цианотоксинов, микробиологической чистоты, состава биомассы и предотвращения контаминации. Предложена поэтапная логика перехода от лабораторного скрининга к пилотным и демонстрационным объектам. Сделан вывод о необходимости экспериментальной проверки разработанной модели в региональных условиях.

Abstract

This article summarizes the scientific, technological, and organizational prerequisites for implementing cyanobacterial technologies in Uzbekistan. The aim is to identify applicable pathways while considering arid climate conditions, water scarcity, seasonal temperature fluctuations, and biosafety requirements. The methodology combines an analytical review of scientific publications, comparative assessment of cultivation and biomass-processing chains, selected life-cycle elements, and conceptual scenario modeling. Three complementary pathways are identified: production of biofertilizers and biostimulants, maintenance of soil fertility through biological nitrogen fixation, and phototrophic wastewater polishing with biomass recovery. Key technological parameters, monitoring indicators, and scaling constraints are specified for each pathway. Wastewater treatment coupled with biomass recovery is considered a promising starting configuration because it combines an environmental service with potential biomass valorization. The analysis emphasizes control of cyanotoxins, microbiological purity, biomass composition, and

contamination prevention. A phased pathway from laboratory screening to pilot and demonstration facilities is proposed. The resulting model is conceptual and requires experimental validation under local conditions before practical scaling.

Ключевые слова: цианобактерии, биоудобрения, азотфиксация, фототрофная доочистка, биомасса, аридный климат, биобезопасность.

Keywords: cyanobacteria, biofertilizers, nitrogen fixation, phototrophic wastewater treatment, biomass valorization, arid climate, biosafety.

Введение

Практическое внедрение цианобактериальных технологий в Узбекистане связано с дефицитом пресной воды, деградацией почвенного плодородия и необходимостью повышения ресурсной эффективности агропромышленного комплекса. Цианобактерии способны преобразовывать солнечную энергию и неорганический углерод в биомассу, а отдельные таксоны фиксируют атмосферный азот. Поэтому они рассматриваются как компоненты биоудобрений и биостимуляторов, а также фотобиологических систем доочистки сточных вод [16; 9]. Для региона существенны высокая инсоляция, сезонные колебания температуры, неоднородная минерализация воды и различная органическая нагрузка стоков, определяющие требования к подбору штаммов и режимам культивирования.

Современные исследования развиваются по двум основным направлениям. Первое связано с агробиотехнологией: биомасса и метаболиты цианобактерий используются как компоненты биоудобрений, биостимуляторов и почвенных кондиционеров, в том числе для повышения устойчивости растений к засолению и засухе [15; 12; 3; 10]. Второе относится к экологической инженерии: фототрофные консорциумы применяются для удаления биогенных элементов и органической нагрузки из сточных вод, а также для получения биомассы [5; 1; 8]. При переносе зарубежных решений без адаптации возможны снижение продуктивности, рост затрат на водоподготовку и нестабильность культур.

Цель работы — разработать концептуальную модель практического внедрения цианобактериальных технологий в условиях Узбекистана. Задачи: систематизировать применимые технологические цепочки, сопоставить три сценария использования, определить ключевые показатели мониторинга и требования биобезопасности, а также обозначить барьеры масштабирования. Работа носит аналитический характер и не заменяет лабораторную или полевую валидацию.

Материалы и методы

Исследование основано на аналитическом обзоре публикаций по биоудобрениям, биологической азотфиксации, фототрофной очистке сточных вод и использованию фототрофной биомассы [8; 1; 3; 10; 12]. Источники сопоставлялись по релевантности к аридным регионам, описанию режимов культивирования, показателям эффективности и технологической воспроизводимости. При рассмотрении штаммов учитывались продуктивность, устойчивость к минерализации и температурным колебаниям, способность к азотфиксации и отсутствие известных признаков токсигенности.

Сравнивались технологические цепочки подготовки воды и питательной среды, культивирования в открытых и закрытых системах, сбора и первичной переработки биомассы и контроля качества. Параметры освещенности, температуры, pH и состава среды не задавались как универсальные, поскольку они должны уточняться для конкретного штамма на пилотной стадии. Дополнительно использовались элементы оценки жизненного цикла для выявления водных и энергетических ограничений и концептуальное моделирование связей между ресурсами, биологическими параметрами и целевыми результатами.

Для региональной адаптации учитывались опубликованные сведения о климатической сезонности, водохозяйственных системах и биотехнологических разработках в регионе [6]. Отсутствие собственных полевых экспериментов рассматривается как основное ограничение; поэтому экономические и технологические выводы имеют предварительный характер и требуют проверки на пилотных объектах [9; 13; 1].

Результаты и обсуждение

Анализ позволил выделить три сценария внедрения. Первый — производство биоудобрений и биостимуляторов на основе биомассы или экзополисахаридов. Для него критичны стабильность состава биомассы, содержание основных элементов питания, отсутствие токсигенных свойств, микробиологическая чистота и воспроизводимость дозировок. Технологическая цепочка включает подбор нетоксигенных штаммов, использование воды с контролируемой минерализацией, сбор биомассы и ее стабилизацию для хранения и транспортировки [3; 10; 12].

Второй сценарий связан с поддержанием плодородия почв посредством биологической фиксации азота и формирования биопленок в агроценозах. Результатом является не только товарный продукт, но и экосистемная услуга — увеличение доступного азота и улучшение свойств почвы. Мониторинг должен включать динамику минеральных форм азота, органического вещества, водопрочности агрегатов и показатели продуктивности культур. Практическая устойчивость повышается при использовании локально адаптированных инокуляций и контроле водного и солевого режима [14; 12].

Третий сценарий — фототрофная доочистка сточных вод с одновременным получением биомассы. Целевыми показателями являются удаление аммонийного азота и фосфатов, снижение органической нагрузки, стабилизация pH и растворенного кислорода. Биомасса может рассматриваться как сопутствующий поток для дальнейшей переработки, но ее назначение должно определяться результатами контроля качества. Открытые системы допустимы только при наличии протоколов биобезопасности и предотвращения распространения нежелательных организмов [5; 1; 8].

Сопоставление сценариев показывает целесообразность поэтапного внедрения. На стартовом этапе может использоваться связка «очистка стоков + биомасса», затем — стандартизованные биоудобрения и биостимуляторы, и далее — локальные решения по биологической азотфиксации. Такая последовательность позволяет переходить от функции экологической услуги к товарным продуктам после накопления данных о качестве

и безопасности. Для всех сценариев необходимы паспорт штамма, протоколы предотвращения контаминации, аналитический контроль и регламент обращения с биомассой [16; 5; 1; 8].

Агросценарии требуют особенно строгой стандартизации, поскольку состав биомассы и почвенно-климатические условия влияют на результат применения [15; 3; 10; 12]. Для Узбекистана важны засоление и неоднородность орошаемых почв, поэтому необходимы отбор устойчивых штаммов и адаптация схем внесения. Биологическая азотфиксация также зависит от микробиома почвы, режима орошения и агротехнических операций, что ограничивает ее внедрение без локальных сравнительных испытаний.

Ключевым аспектом биобезопасности является исключение токсигенных штаммов и контроль нежелательных цветений. В программу мониторинга следует включать микроцистины, анатоксин-а и сакситоксины, а допустимые уровни определять в соответствии с назначением воды или биомассы и действующими нормативами [9; 17]. При выявлении токсинов биомасса не должна направляться на аграрное применение без дополнительной оценки. Экономическую эффективность следует рассчитывать отдельно для каждого пилотного сценария с учетом капитальных затрат, энергии, водоподготовки, сбора биомассы и ее возможной стоимости; в данной работе срок окупаемости не определялся из-за отсутствия локальных исходных данных.

Заключение

Практическое внедрение цианобактериальных технологий в условиях Узбекистана следует рассматривать как поэтапный процесс, учитывающий биологические свойства штаммов и водно-ресурсные ограничения аридного региона. Анализ выделил три взаимосвязанных направления: биоудобрения и биостимуляторы, биологическая азотфиксация и фототрофная доочистка сточных вод с получением биомассы. Стартовой платформой может стать сочетание очистки стоков с последующей валоризацией биомассы, однако этот вывод требует пилотной проверки. Для аграрных решений необходимы стандартизация состава, полевые испытания и контроль биобезопасности. Для всех направлений рекомендуются лабораторный скрининг нетоксигенных штаммов, пилотное испытание, контроль воды и биомассы, предварительная экономическая оценка и только затем переход к демонстрационному масштабу.

Список литературы

1. Абдельфаттах, А., Али, С.С., Рамадан, Х. и др. Microalgae-based wastewater treatment: Mechanisms, challenges, recent advances, and future prospects // Environmental Science and Ecotechnology. – 2023. – Т. 13. – Art. 100205. – DOI: 10.1016/j.ese.2022.100205.
2. Абед, Р.М.М., Добретцов, С., Судеш, К. Applications of cyanobacteria in biotechnology // Journal of Applied Microbiology. – 2009. – Т. 106. – Р. 1–12. – DOI: 10.1111/j. 1365–2672.2008.03918.x.

3. Биби, С., Саадауи, И., Биби, А. и др. Applications, advancements, and challenges of cyanobacteria-based biofertilizers for sustainable agro and ecosystems in arid climates // Bioresource Technology Reports. – 2024. – Т. 25. – Art. 101789. – DOI: 10.1016/j.biteb.2024.101789.
4. Де-Башан, Л.Е., Башан, Й. Immobilized microalgae for removing pollutants: Review of practical aspects // Bioresource Technology. – 2010. – Т. 101. – P. 1611–1627.
5. Крэггс, Р.Дж., Хюбек, С., Лундквист, Т.Дж., Бененманн, Дж.Р. Algal biofuels from wastewater treatment high rate algal ponds // Water Science and Technology. – 2011. – Т. 63. – P. 660–665.
6. Мухамедов, Ш.М., Юлдашев, Н.Н. Биотехнологические основы получения биомассы микроводорослей в условиях засушливого климата. – Ташкент: Издательство «Фан», 2019. – 216 с.
7. Пак, Дж.Б.К., Крэггс, Р.Дж., Шилтон, А.Н. Wastewater treatment high rate algal ponds for biofuel production // Bioresource Technology. – 2011. – Т. 102. – P. 35–42. – DOI: 10.1016/j.biortech.2010.06.158.
8. Санчес-Кинтеро, А., Фернандеш, С.К.М., Бегбедер, Ж.-Б. Overview of microalgae and cyanobacteria-based biostimulants produced from wastewater and CO2 streams towards sustainable agriculture: A review // Microbiological Research. – 2023. – Т. 277. – Art. 127505. – DOI: 10.1016/j.micres.2023.127505.
9. Хорус, И., Велкер, М. Toxic Cyanobacteria in Water: A Guide to Their Public Health Consequences, Monitoring and Management. – 2-е изд. – Лондон: CRC Press, 2021. – 859 P.
10. Чабили, А., Минауи, Ф., Хаккум, З. и др. A comprehensive review of microalgae and cyanobacteria-based biostimulants for agriculture uses // Plants. – 2024. – Т. 13. – Art. 159. – DOI: 10.3390/plants13020159.
11. Чисти, Й. Biodiesel from microalgae // Biotechnology Advances. – 2007. – Т. 25. – P. 294–306. – DOI: 10.1016/j.biotechadv.2007.02.001.
12. Ramakrishnan B., Maddela N.R., Venkateswarlu K., Megharaj M. Potential of microalgae and cyanobacteria to improve soil health and agricultural productivity: a critical view // Environmental Science: Advances. – 2023. – Т. 2, № 4. – P. 586–611. – DOI: 10.1039/D2VA00158F.
13. Richmond A., Hu Q. Handbook of Microalgal Culture: Applied Phycology and Biotechnology. – 2nd ed. – Oxford: Wiley-Blackwell, 2013. – 719 P.
14. Rossi F., Li H., Liu Y., De Philippis R. Cyanobacterial inoculation (cyanobacterisation): Perspectives for the development of a standardized multifunctional technology for soil fertilization and desertification reversal // Earth-Science Reviews. – 2017. – Т. 171. – P. 28–43. – DOI: 10.1016/j.earscirev.2017.05.006.
15. Singh J.S., Kumar A., Rai A.N., Singh D.P. Cyanobacteria: A Precious Bio-resource in Agriculture, Ecosystem, and Environmental Sustainability. – New Delhi: Springer, 2016. – 404 P.

16. Whitton B.A., Potts M. The Ecology of Cyanobacteria: Their Diversity in Time and Space. – Dordrecht: Springer, 2012. – 760 P.
17. World Health Organization. Management of cyanobacteria in drinking-water supplies: information for regulators and water suppliers. – 2nd ed. – Geneva: World Health Organization, 2024. – 28 P. – DOI: 10.2471/B09130.

References

1. Abdelfattah A., Ali S.S., Ramadan H., El-Aswar E.I., Eltawab R., Ho S.-H., Elsamahy T., Li S., El-Sheekh M.M., Schagerl M., Kornaros M., Sun J. Microalgae-based wastewater treatment: Mechanisms, challenges, recent advances, and future prospects // Environmental Science and Ecotechnology. – 2023. – Vol. 13. – Art. 100205. – DOI: 10.1016/j.ese.2022.100205.
2. Abed R.M.M., Dobretsov S., Sudesh K. Applications of cyanobacteria in biotechnology // Journal of Applied Microbiology. – 2009. – Vol. 106. – P. 1–12. – DOI: 10.1111/j. 1365–2672.2008.03918.x.
3. Bibi S., Saadaoui I., Bibi A., Al-Ghouti M., Abu-Dieyeh M.H. Applications, advancements, and challenges of cyanobacteria-based biofertilizers for sustainable agro and ecosystems in arid climates // Bioresource Technology Reports. – 2024. – Vol. 25. – Art. 101789. – DOI: 10.1016/ j.biteb.2024.101789.
4. De-Bashan L.E., Bashan Y. Immobilized microalgae for removing pollutants: Review of practical aspects // Bioresource Technology. – 2010. – Vol. 101. – P. 1611–1627.
5. Craggs R.J., Heubeck S., Lundquist T.J., Benemann J.R. Algal biofuels from wastewater treatment high rate algal ponds // Water Science and Technology. – 2011. – Vol. 63. – P. 660–665.
6. Mukhamedov Sh.M., Yuldashev N.N. [Biotechnological foundations of microalgae biomass production under arid climate conditions. 216 P.]. – Tashkent: Izdatel'stvo «Fan», 2019 (In Russ.)
7. Park J.B.K., Craggs R.J., Shilton A.N. Wastewater treatment high rate algal ponds for biofuel production // Bioresource Technology. – 2011. – Vol. 102. – P. 35–42. – DOI: 10.1016/ j.biortech.2010.06.158.
8. Санчес-Кинтеро А., Фернандеш С.К.М., Бегбедер Ж.-Б. [Sánchez-Quintero Á., Fernandes S.C.M., Beigbeder J.-B. Overview of microalgae and cyanobacteria-based biostimulants produced from wastewater and CO2 streams towards sustainable agriculture: A review] // Microbiological Research. – 2023. – Vol. 277. – Art. 127505. – DOI: 10.1016/j.micres. 2023.127505. (In Russ.)
9. Chorus I., Welker M. Toxic Cyanobacteria in Water: A Guide to Their Public Health Consequences, Monitoring and Management. – 2nd ed. – London: CRC Press, 2021. – 859 P.
10. Chabili A., Minaoui F., Hakkoum Z., Douma M., Meddich A., Loudiki M. A comprehensive review of microalgae and cyanobacteria-based biostimulants for agriculture uses // Plants. – 2024. – Vol. 13. – Art. 159. – DOI: 10.3390/plants13020159.

11. Chisti Y. Biodiesel from microalgae // Biotechnology Advances. – 2007. – Vol. 25. – P. 294–306. – DOI: 10.1016/j.biotechadv.2007.02.001.
12. Ramakrishnan B., Maddela N.R., Venkateswarlu K., Megharaj M. Potential of microalgae and cyanobacteria to improve soil health and agricultural productivity: a critical view // Environmental Science: Advances. – 2023. – Vol. 2, No. 4. – P. 586–611. – DOI: 10.1039/D2VA00158F.
13. Richmond A., Hu Q. Handbook of Microalgal Culture: Applied Phycology and Biotechnology. – 2nd ed. – Oxford: Wiley-Blackwell, 2013. – 719 P.
14. Rossi F., Li H., Liu Y., De Philippis R. Cyanobacterial inoculation (cyanobacterisation): Perspectives for the development of a standardized multifunctional technology for soil fertilization and desertification reversal // Earth-Science Reviews. – 2017. – Vol. 171. – P. 28–43. – DOI: 10.1016/j.earscirev.2017.05.006.
15. Singh J.S., Kumar A., Rai A.N., Singh D.P. Cyanobacteria: A Precious Bio-resource in Agriculture, Ecosystem, and Environmental Sustainability. – New Delhi: Springer, 2016. – 404 P.
16. Whitton B.A., Potts M. The Ecology of Cyanobacteria: Their Diversity in Time and Space. – Dordrecht: Springer, 2012. – 760 P.
17. World Health Organization. Management of cyanobacteria in drinking-water supplies: information for regulators and water suppliers. – 2nd ed. – Geneva: World Health Organization, 2024. – 28 P. – DOI: 10.2471/B09130.

Статья поступила в редакцию: 25.08.2026
Статья принята к публикации: 11.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 579.222+577.112+543.544.5

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23389

Сравнительный профиль свободных аминокислот в биомассе двух штаммов *Methylobacterium*, культивируемых на метаноле: предварительное исследование

Мардонов Икром Хасан угли
докторант (PhD)
Институт микробиологии Академии наук Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: ikrom07021992@gmail.com

Бердиев Нодир Шарифович
канд. хим. наук
ст. науч. сотр. Институт биоорганической химии Академия наук Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: nodir2884@gmail.com

Comparative free amino acid profile in the biomass of two *Methylobacterium* strains grown on methanol: a preliminary study

Mardonov Ikrom
PhD Student
Institute of Microbiology Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Uzbekistan, Tashkent

Berdiev Nodir
candidate of Chemical Sciences, Senior Researcher
Institute of Bioorganic Chemistry Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

Метилотрофные бактерии рассматриваются как продуценты микробной биомассы для получения одноклеточного белка (Single Cell Protein, SCP). Одной из характеристик такой биомассы является пул свободных аминокислот, отражающий текущее метаболическое состояние клеток. Целью работы явилось предварительное описательное сравнение профиля свободных аминокислот в биомассе двух штаммов — *Methylobacterium dankookense* 3HXI, выделенного из сточных вод Ташкентского завода по переработке бумаги, и *Methylobacterium fujisawaense* 1HXI, выделенного из плодов винограда сорта Сагдиана (Ташкентская область).

Библиографическое описание: Мардонов И.Х.У., Бердиев Н.Ш. Сравнительный профиль свободных аминокислот в биомассе двух штаммов Methylobacterium, культивируемых на метаноле: предварительное исследование // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23389

Штаммы культивировали на минеральной среде «K» с метанолом (1 % об./об.) при 35 °C в течение 72 ч; содержание свободных аминокислот определяли методом ВЭЖХ после дериватизации фенилизотиоцианатом. Суммарное содержание идентифицированных свободных аминокислот составило 88,536 мг/г сухой биомассы у *M. dankookense* 3HXI и 112,739 мг/г у *M. fujisawaense* 1HXI. У *M. dankookense* 3HXI преобладали аспарагиновая кислота, пролин, аланин и глутаминовая кислота, тогда как у *M. fujisawaense* 1HXI доминирующим компонентом был гистидин (29,012 мг/г; 25,7 % пула), за которым следовали пролин, аспарагиновая кислота и аланин. Различие между штаммами по суммарному содержанию определялось практически исключительно гистидином: при его исключении из расчёта суммарные пулы оказались сопоставимыми (88,240 и 83,727 мг/г). У *M. dankookense* 3HXI выше были уровни лейцина, лизина, треонина, валина и изолейцина, у *M. fujisawaense* 1HXI — гистидина, пролина, метионина и фенилаланина. Аспарагин, глутамин и триптофан в условиях применённого метода не обнаружены. Работа носит предварительный описательный характер: анализ выполнен однократно, без независимых биологических повторностей, без определения общего содержания белка и аминокислотного состава гидролизата; значение для гистидина, определяющее различие между штаммами, получено в однократном определении и требует подтверждения повторным анализом. Полученные данные не могут рассматриваться как прямая оценка кормовой ценности биомассы и требуют подтверждения в дальнейших исследованиях.

Abstract

Methylotrophic bacteria are considered producers of microbial biomass for single-cell protein (SCP). One characteristic of such biomass is its free amino acid pool, which reflects the current metabolic state of the cells. The aim of this work was a preliminary descriptive comparison of the free amino acid profile in the biomass of two strains — *Methylobacterium dankookense* 3HXI, isolated from the wastewater of the Tashkent paper recycling plant, and *Methylobacterium fujisawaense* 1HXI, isolated from fruits of the Sagdiana grape cultivar (Tashkent region). The strains were cultivated in mineral medium “K” with methanol (1 % v/v) at 35 °C for 72 h; free amino acids were determined by HPLC after phenylisothiocyanate derivatisation. The total content of identified free amino acids was 88.536 mg/g dry biomass in *M. dankookense* 3HXI and 112.739 mg/g in *M. fujisawaense* 1HXI. Aspartic acid, proline, alanine and glutamic acid predominated in *M. dankookense* 3HXI, whereas in *M. fujisawaense* 1HXI the dominant component was histidine (29.012 mg/g; 25.7 % of the pool), followed by proline, aspartic acid and alanine. The difference between the strains in total content was accounted for almost entirely by histidine: when histidine was excluded, the total pools were comparable (88.240 and 83.727 mg/g). *M. dankookense* 3HXI showed higher levels of leucine, lysine, threonine, valine and isoleucine, whereas *M. fujisawaense* 1HXI showed higher levels of histidine, proline, methionine and phenylalanine. Asparagine, glutamine and tryptophan were not detected under the conditions of the method used. The study is preliminary and descriptive: the analysis was performed once, without independent biological replicates and without determination of total protein content or the amino acid composition of the hydrolysate. The histidine value, which determines the difference between the strains, was obtained

in a single determination and requires confirmation by repeat analysis. The data therefore cannot be regarded as a direct assessment of the feed value of the biomass and require confirmation in further studies.

Ключевые слова: метилотрофные бактерии, Methylobacterium dankookense, Methylobacterium fujisawaense, свободные аминокислоты, профиль свободных аминокислот, метанол, ВЭЖХ, одноклеточный белок (Single Cell Protein, SCP), предварительное исследование.

Keywords: methylotrophic bacteria, Methylobacterium dankookense, Methylobacterium fujisawaense, free amino acids, free amino acid profile, methanol, HPLC, single-cell protein (SCP), preliminary study.

Введение

За последние десятилетия рост численности населения мира, интенсивное развитие животноводства, птицеводства и аквакультуры привели к значительному увеличению спроса на высококачественные источники белка. В то же время производство традиционных белковых источников, таких как соевый и рыбный шрот, сталкивается с рядом проблем, связанных с ограниченностью земельных и водных ресурсов, изменением климата, ростом стоимости сырья и усилением антропогенной нагрузки на окружающую среду. В связи с этим разработка устойчивых, экологически безопасных и экономически эффективных альтернативных источников белка для кормопроизводства рассматривается как одно из приоритетных направлений современной биотехнологии [9, 8].

Микробная биомасса, используемая для получения одноклеточного белка (Single Cell Protein, SCP), рассматривается как альтернатива традиционным источникам белка благодаря высокому содержанию белка, высокой скорости роста микроорганизмов и отсутствию потребности в использовании плодородных сельскохозяйственных земель. Бактериальная биомасса обычно содержит 50–80 % белка в пересчёте на сухую массу [7].

Среди источников углерода для получения микробного белка особое внимание уделяется одноуглеродным (C1) соединениям, в первую очередь метанолу. Метанол производится в больших объёмах, не конкурирует с пищевым сырьём, характеризуется высокой химической чистотой и эффективно ассимилируется метилотрофными микроорганизмами [3, 12].

Следует подчеркнуть, что получение SCP на метаноле не является новым направлением. Промышленная реализуемость такого процесса была продемонстрирована ещё при разработке технологии Pruteen, а в последние годы метилотрофные продуценты активно изучаются как на уровне отдельных штаммов, так и на уровне технологических платформ [12]. Для рода *Methylobacterium* соответствующие данные обобщены в специализированном обзоре [5]. В частности, для *Methylobacterium organophilum* при культивировании на метаноле были определены максимальная концентрация биомассы 5,05 г/л, удельная скорость роста 0,11 $ч^{-1}$, экономический коэффициент по субстрату 0,24 г/г, содержание сырого протеина 54,1 ± 2,9 % и аминокислотный состав белковой фракции [11]. Для *Methylophilus* sp. HN238 при оптимизации ферментации в биореакторе объёмом 5 л достигнуто содержание белка 57,3 %, при этом доля незаменимых аминокислот составила

44,10 % [10]. На этом фоне настоящая работа не претендует на технологическую оценку продуцентов: она ограничена аналитическим описанием одного показателя — пула свободных аминокислот двух природных изолятов.

Важно различать два принципиально разных показателя. Аминокислотный состав клеточного белка определяется после кислотного гидролиза белковой фракции и служит основой для расчёта показателей качества белка — аминокислотного скора (AAS) и индекса незаменимых аминокислот (EAAI), рассчитываемых относительно нормативов ФАО/ВОЗ [13]. Пул свободных аминокислот, напротив, представляет собой низкомолекулярную внутриклеточную фракцию, которая отражает текущее метаболическое и физиологическое состояние культуры и не является эквивалентом аминокислотного состава белка. Тем не менее сведения о профиле свободных аминокислот у природных штаммов метилотрофных бактерий остаются ограниченными, а сравнительные данные для изолятов из различных экологических ниш практически отсутствуют.

Исходя из этого, целью настоящей работы явилось предварительное описательное сравнение профиля свободных аминокислот в биомассе двух штаммов метилотрофных бактерий — *Methylobacterium dankookense* 3HXI и *Methylobacterium fujisawaense* 1HXI, выделенных из различных экологических ниш и культивируемых на метаноле в качестве единственного источника углерода. Ранее указанные штаммы были отобраны нами как активные продуценты биомассы при росте на низкомолекулярных спиртах [6]. Задача количественной оценки кормовой ценности биомассы в рамках настоящей работы не ставилась.

Материалы и методы

Штаммы. В работе использовали штаммы Methylobacterium dankookense 3HXI, выделенный из сточных вод Ташкентского завода по переработке бумаги, и Methylobacterium fujisawaense 1HXI, выделенный из плодов винограда сорта Сагдиана, выращенного в Ташкентской области. Выделение штаммов из указанных источников и их отбор как активных продуцентов биомассы при росте на низкомолекулярных спиртах описаны ранее [6]. Видовая принадлежность штаммов была установлена на основании анализа нуклеотидных последовательностей гена 16S рРНК. Полученные последовательности депонированы в базе данных NCBI GenBank: M. dankookense 3HXI — PX924540.1, M. fujisawaense 1HXI — PX924362.1. Оба штамма способны использовать метанол в качестве единственного источника углерода и энергии.

Условия культивирования. Бактерии выращивали в жидкой минеральной среде «К» следующего состава (г/л): KH_2PO_4 — 2,0; $(NH_4)_2SO_4$ — 2,0; $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ — 0,025; NaCl — 0,5; $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ — 0,002; метанол — 1 % (об./об.); дистиллированная вода — до 1 л; pH среды 7,2. Посевной материал вносили в количестве 10 % (об./об.) из 72-часовой культуры с оптической плотностью OD_{600} = 1,02. Культивирование проводили в колбах Эрленмейера объёмом 300 мл с объёмом среды 100 мл (отношение объёма среды к объёму газовой фазы 1:2) при 35 °C в течение 72 ч на орбитальном шейкере при 200 об/мин. Каждый штамм культивировали однократно (одна колба, без независимых биологических повторностей).

Получение сухой биомассы. По окончании культивирования (72 ч) биомассу отделяли центрифугированием при 10 000 об/мин в течение 10 мин на рефрижераторной центрифуге BKC-VH20R (BIOBASE, Китай) при 4 °C. Клеточный осадок трижды отмывали дистиллированной водой с повторным центрифугированием в тех же условиях для удаления остаточной среды и внеклеточных метаболитов. Отмытую биомассу высушивали лиофильно (температура замораживания −25−30 °C) до постоянной массы и взвешивали на аналитических весах.

Получение водного экстракта свободных аминокислот. Навеску лиофильно высушенной бактериальной биомассы массой 1000 мг суспендировали в 10 мл деионизированной воды. Для разрушения бактериальных клеток полученную суспензию подвергали ультразвуковой дезинтеграции в течение 20 мин с использованием ультразвукового дезинтегратора UCD-150 (BIOBASE, Китай). Ультразвуковую обработку проводили при охлаждении образца в ледяной бане, поддерживая температуру суспензии не выше +4 °C. После дезинтеграции экстракцию проводили при 35 °C в течение 40 мин. Затем нерастворимый материал отделяли центрифугированием при 8000 об/мин в течение 30 мин. Полученный супернатант использовали в качестве водного экстракта для последующего определения свободных аминокислот.

Осаждение белков и пептидов. К 1,0 мл вышеуказанного водного экстракта добавляли 1,0 мл 20 %-ного раствора трихлоруксусной кислоты (ТХУК). После инкубации в течение 10 мин осадок отделяли центрифугированием при 8000 об/мин в течение 15 мин. Из надосадочной жидкости отбирали 0,1 мл и лиофильно высушивали. Сухой остаток растворяли в смеси триэтиламин–ацетонитрил–вода (1:7:1) и вновь высушивали; процедуру повторяли дважды для полной нейтрализации остаточной кислоты.

Дериватизация. Фенилтиокарбамильные (ФТК) производные аминокислот получали путём предколоночной дериватизации фенилизотиоцианатом (PITC) по методу Bidlingmeyer et al. [1].

Условия ВЭЖХ. Анализ выполняли на жидкостном хроматографе Agilent Technologies 1200 с диодно-матричным детектором (DAD), колонка Discovery HS C18 (75 × 4,6 мм). Объём инъекции 5,0 мкл. Подвижная фаза: раствор А — 0,14 М ацетат натрия с 0,05 % триэтиламина, pH 6,4; раствор В — ацетонитрил. Скорость потока 1,2 мл/мин; детектирование при 269 нм (аналитическая длина волны), длина волны сравнения 360 нм. Градиентное элюирование (% В/время): 1–6 % (0–2,5 мин); 6–30 % (2,51–40,0 мин); 30–60 % (40,1–45,0 мин); 60 % (45,1–50,0 мин); 60–0 % (50,1–55,0 мин). Общая продолжительность хроматографирования составляла около 55 мин. Анализ проб выполнен 23.01.2026.

Идентификация и количественное определение. Идентификацию пиков проводили по временам удерживания хроматограммы стандартной смеси аминокислот, полученной в тех же хроматографических условиях. Количественное определение выполняли методом внешнего стандарта; внутренний стандарт не применялся. Расчёт содержания аминокислот в пересчёте на сухую биомассу выполнен аналитической лабораторией и предоставлен авторам в виде итогового протокола. Приведённые в настоящей работе значения соответствуют этому протоколу и не пересчитывались авторами; проведена только проверка арифметической согласованности итоговых сумм.

Расчёт содержания. Содержание каждой свободной аминокислоты в пересчёте на сухую биомассу рассчитывали по формуле:

$C = (C_{хр} \times V_{экстр} \times k) / (m_{сух} \times 1000)$,

где C — содержание аминокислоты, мг/г сухой биомассы; Cхр — концентрация аминокислоты в анализируемом растворе по данным ВЭЖХ, мкг/мл; Vэкстр — общий объём водного экстракта, мл; k — суммарный коэффициент разбавления, учитывающий стадии осаждения ТХУК, отбора аликвоты и перерастворения сухого остатка; mсух — навеска сухой биомассы, г. Значения в таблице приведены с тремя знаками после запятой в соответствии с протоколом анализа. Суммы, приведённые в таблице 1 и в тексте, получены прямым сложением табличных значений; они отличаются от итоговых сумм протокола анализа на 0,002 мг/г, что обусловлено округлением исходных данных.

Обработка данных. Определение выполнено однократно для каждого штамма (одна культура, одна пробоподготовка, одна хроматографическая инъекция). Независимые биологические повторности и повторные инъекции не проводились, поэтому стандартное отклонение, доверительные интервалы и коэффициенты вариации не приводятся, а статистическое сравнение штаммов не выполнялось. Все приведённые различия между штаммами являются описательными и не подтверждены статистически. Аналитическая и культуральная вариабельность метода в настоящем исследовании не оценивалась.

Результаты исследований

Профили свободных аминокислот биомассы исследованных штаммов приведены в таблице 1. Суммарное содержание идентифицированных свободных аминокислот составило 88,536 мг/г сухой биомассы у *Methylobacterium dankookense* 3HXI и 112,739 мг/г у *Methylobacterium fujisawaense* 1HXI, то есть у второго штамма оно было выше на 24,203 мг/г (на 27,3 % относительно значения для *M. dankookense* 3HXI).

Анализ вклада отдельных компонентов показал, что это различие определяется практически исключительно одним соединением. Содержание свободного гистидина составило 29,012 мг/г у *M. fujisawaense* 1HXI против 0,296 мг/г у *M. dankookense* 3HXI, то есть только по этому компоненту разница составила 28,716 мг/г — величину, превышающую разницу по суммарному пулу. При исключении гистидина из расчёта суммарные содержания оказываются сопоставимыми и даже несколько выше у *M. dankookense* 3HXI: 88,240 против 83,727 мг/г (различие 5,4 %). Таким образом, по всем остальным компонентам пула штаммы близки, а наблюдаемое различие по сумме является следствием накопления гистидина у *M. fujisawaense* 1HXI.

Набор доминирующих компонентов у штаммов различался. У *M. dankookense* 3HXI наибольшие значения отмечены для аспарагиновой кислоты (14,714 мг/г; 16,6 % суммарного пула), пролина (12,104 мг/г; 13,7 %), аланина (10,842 мг/г; 12,2 %) и глутаминовой кислоты (10,630 мг/г; 12,0 %); в совокупности эти четыре компонента составляли 54,5 % пула. У *M. fujisawaense* 1HXI доминирующим компонентом был гистидин (29,012 мг/г; 25,7 % пула), далее следовали пролин (19,370 мг/г; 17,2 %), аспарагиновая кислота (15,183 мг/г; 13,5 %)

и аланин (9,663 мг/г; 8,6 %); на эти четыре компонента приходилось 65,0 % пула. Следует отметить, что по абсолютному содержанию аспарагиновой кислоты, пролина и аланина штаммы были близки, а различие в структуре пула создаётся преимущественно гистидином.

По отдельным незаменимым аминокислотам различия носили разнонаправленный характер. У *M. dankookense* 3HXI были выше значения для лейцина (8,065 против 0,822 мг/г), лизина (4,224 против 0,060 мг/г), треонина (3,178 против 2,385 мг/г), валина (2,625 против 2,043 мг/г) и изолейцина (3,487 против 2,962 мг/г). У *M. fujisawaense* 1HXI были выше значения для гистидина (29,012 против 0,296 мг/г), пролина (19,370 против 12,104 мг/г), метионина (3,959 против 1,273 мг/г) и фенилаланина (4,883 против 2,266 мг/г). Содержание аргинина было практически одинаковым (0,886 и 0,887 мг/г). Суммарная доля незаменимых аминокислот составила 28,7 % пула у *M. dankookense* 3HXI и 40,9 % у *M. fujisawaense* 1HXI; при исключении гистидина соотношение меняется на противоположное — 28,4 и 15,2 % соответственно.

Полученные значения требуют осторожной интерпретации в двух отношениях. Во-первых, значения лейцина (0,822 мг/г) и лизина (0,060 мг/г) у *M. fujisawaense* 1HXI находятся в нижней части рабочего диапазона метода и формально дают различия между штаммами примерно в 9,8 и 70 раз соответственно. Во-вторых, значение гистидина у того же штамма (29,012 мг/г) почти на два порядка превышает значение у *M. dankookense* 3HXI (0,296 мг/г) и является определяющим для всех различий по суммарному содержанию. Оба наблюдения получены в однократном определении, без повторных инъекций, без демонстрации воспроизводимости и без независимого подтверждения идентичности соответствующих хроматографических пиков. Поэтому в настоящей работе они приводятся как первичные аналитические данные, требующие подтверждения, и не используются как основание для количественных выводов.

Аспарагин, глутамин и триптофан в свободной форме не были обнаружены в биомассе обоих штаммов в условиях применённого метода. В протоколе анализа для этих позиций приведено значение 0,000; в таблице 1 они обозначены как «н/о» (не обнаружено), поскольку запись 0,000 подразумевала бы доказанное нулевое содержание, тогда как фактически речь идёт об отсутствии сигнала, отнесённого к соответствующей аминокислоте.

Таблица 1.

Профиль свободных аминокислот в биомассе штаммов M. dankookense 3HXI и M. fujisawaense 1HXI, мг/г сухой биомассы (однократное определение)

Аминокислота	*M. dankookense* 3HXI, мг/г	*M. fujisawaense* 1HXI, мг/г
Аспарагиновая кислота (Asp)	14,714	15,183
Глутаминовая кислота (Glu)	10,630	8,682
Серин (Ser)	1,730	1,937
Глицин (Gly)	7,608	6,853
Аспарагин (Asn)	н/о	н/о
Глутамин (Gln)	н/о	н/о
Цистеин (Cys)	1,375	1,274
Треонин (Thr)*	3,178	2,385
Аргинин (Arg)	0,886	0,887
Аланин (Ala)	10,842	9,663

Аминокислота	*M. dankookense* 3HXI, мг/г	*M. fujisawaense* 1HXI, мг/г
Пролин (Pro)	12,104	19,370
Тирозин (Tyr)	3,233	2,764
Валин (Val)*	2,625	2,043
Метионин (Met)*	1,273	3,959
Гистидин (His)*	0,296	29,012***
Изолейцин (Ile)*	3,487	2,962
Лейцин (Leu)*	8,065	0,822**
Триптофан (Trp)*	н/о	н/о
Фенилаланин (Phe)*	2,266	4,883
Лизин (Lys)*	4,224	0,060**
Сумма идентифицированных свободных аминокислот	**88,536**	**112,739**

Обсуждение

Полученные данные показывают, что по большинству компонентов пула свободных аминокислот исследованные штаммы при росте на метаноле оказались близки, а основное различие между ними связано с одним соединением — гистидином. Наличие в биомассе обоих штаммов заметных количеств аспарагиновой и глутаминовой кислот согласуется с их центральной ролью в азотном обмене бактерий: эти соединения участвуют в реакциях трансаминирования и служат донорами аминогрупп при синтезе других азотсодержащих метаболитов. Вместе с тем следует подчеркнуть, что однократное измерение статического пула метаболитов не позволяет делать выводы об интенсивности азотного обмена или синтетических процессов: для таких заключений необходимы динамические измерения, анализ потоков метаболитов, данные об экспрессии ферментов или сопоставление нескольких фаз роста. В настоящей работе такие данные не получены.

Высокое содержание свободного гистидина у *M. fujisawaense* 1HXI представляет наибольший интерес и одновременно требует наибольшей осторожности. С одной стороны, преобладание гистидина не является беспрецедентным для представителей рода *Methylobacterium*: в работе Simões и соавт. [11] при анализе аминокислотного состава биомассы *M. organophilum*, выращенной на метаноле, именно гистидин был выявлен в наибольшем количестве (17,0 ± 2,8 %). Совпадение направления результата с независимо опубликованными данными делает наблюдаемое накопление гистидина биологически правдоподобным. С другой стороны, в настоящей работе это значение получено в однократном определении; независимое подтверждение идентичности соответствующего пика и оценка воспроизводимости не проводились. Поэтому обсуждаемое накопление гистидина следует рассматривать как наблюдение, требующее целенаправленной проверки, а не как установленную штаммовую характеристику. Проверка этого наблюдения — определение содержания гистидина в независимых биологических повторностях с подтверждением идентичности пика — представляет собой первоочередную задачу дальнейших исследований.

Прямое сопоставление наших результатов с опубликованными данными по метилотрофным продуцентам ограничено различием объектов измерения. В работе Simões и соавт. [11] для *M. organophilum*, выращенной на метаноле, определяли аминокислотный состав белковой фракции и выражали его преимущественно в процентах, одновременно приводя ключевые технологические характеристики процесса: концентрацию биомассы 5,05 г/л, удельную скорость роста 0,11 $ч^{-1}$, экономический коэффициент 0,24 г/г и содержание сырого протеина 54,1 ± 2,9 %. В настоящей работе ни один из этих показателей не определялся, а измеряемой величиной был свободный (низкомолекулярный) аминокислотный пул в мг/г сухой биомассы. Поэтому наши данные не могут быть непосредственно сопоставлены с [11] и не позволяют оценить, превосходят ли изученные штаммы известных метилотрофных продуцентов.

Существенным ограничением является также отсутствие сведений о физиологическом состоянии культур в момент отбора. Оба штамма выращивали 72 ч в одинаковых условиях, однако при равном времени культивирования разные штаммы могут находиться в разных фазах роста: один — в поздней экспоненциальной, другой — в стационарной фазе или в состоянии субстратного голодания. Кривые роста, оптическая плотность при сборе, остаточная концентрация метанола, конечный pH и выход сухой биомассы в настоящей работе не регистрировались. Соответственно, выявленные различия в профилях свободных аминокислот могут отражать не устойчивые штаммовые особенности, а разное физиологическое состояние культур на момент отбора проб. Это существенно применительно к пролину, содержание которого у *M. fujisawaense* 1HXI было в 1,6 раза выше, чем у *M. dankookense* 3HXI: пролин у бактерий выполняет функцию совместимого осмолита и накапливается при осмотическом, кислотном и других видах стресса [4]. Повышенный уровень свободного пролина, таким образом, с равной вероятностью может отражать стрессовый ответ культуры, а не видоспецифическую особенность метаболизма.

Различия между штаммами по содержанию отдельных незаменимых аминокислот носят разнонаправленный характер: *M. dankookense* 3HXI отличался более высокими значениями для лизина, лейцина, треонина, валина и изолейцина, тогда как *M. fujisawaense* 1HXI — для гистидина, метионина и фенилаланина. Ни один из штаммов не имел преимущества по всем незаменимым аминокислотам одновременно. Формально более высокая суммарная доля незаменимых аминокислот у *M. fujisawaense* 1HXI (40,9 против 28,7 %) обеспечивается исключительно гистидином: без его учёта соотношение меняется на противоположное (15,2 против 28,4 %). Это наглядно показывает, что интегральные показатели, рассчитанные по пулу свободных аминокислот, крайне чувствительны к единственному компоненту и не могут служить самостоятельной характеристикой качества белка. По этой причине в настоящей работе сознательно не используется характеристика «более сбалансированный профиль». Сбалансированность аминокислотного состава является нормативным понятием и определяется не числом аминокислот, по которым один образец превосходит другой, а сопоставлением с конкретной эталонной потребностью — например, посредством расчёта аминокислотного скора (AAS) относительно требований ФАО/ВОЗ и индекса незаменимых аминокислот (EAAI) [13]. Так, лизин имеет особое значение при составлении рационов на зерновой основе, где он часто выступает первой лимитирующей аминокислотой [14]; однако вывод о том, покрывает ли биомасса данного штамма

потребность конкретного вида (птицы, свиней, жвачных или рыб), возможен только при сопоставлении с соответствующим эталонным профилем. Оба указанных показателя рассчитываются по аминокислотному составу гидролизованного белка, а не по пулу свободных аминокислот, и в настоящей работе не определялись.

Необнаружение аспарагина, глутамина и триптофана согласуется с методическими ограничениями примененной схемы анализа. Известно, что при ФТК-дериватизации и обращённо-фазовом разделении часть аминокислот может не определяться; в частности, Simões и соавт. [11] отмечали, что метионин, цистеин и аспарагин у *M. organophilum* вероятнее всего не были идентифицированы по методическим причинам. Для триптофана, кроме того, требуется отдельная методика щелочного гидролиза. Поэтому корректной является формулировка «не обнаружено в условиях применённого метода», а не утверждение об отсутствии данных соединений в клетках.

Практическая значимость микробной биомассы метилотрофных бактерий в кормопроизводстве подтверждается независимыми исследованиями. Так, бактериальная мука на основе *Methylococcus capsulatus* успешно применялась для частичной замены рыбной муки в рационе молоди чёрного морского леща [15], а современные обзоры указывают на высокую переваримость и приемлемый аминокислотный состав SCP в кормах для объектов аквакультуры, отмечая при этом зависимость эффективности от конкретного продуцента, технологии переработки и уровня включения в рацион [2]. Настоящее исследование не даёт оснований для отнесения изученных штаммов к этой категории: для такого вывода требуются данные о выходе биомассы, общем содержании белка, полном аминокислотном составе гидролизата, содержании нуклеиновых кислот, переваримости и безопасности.

Ограничения исследования. Авторы считают необходимым явно перечислить ограничения настоящей работы. (1) Определение выполнено однократно для каждого штамма, без независимых биологических повторностей и повторных хроматографических инъекций; показатели разброса не рассчитывались, статистическое сравнение не выполнялось. (2) Измерена только фракция свободных аминокислот; общее содержание белка, выход сухой биомассы и аминокислотный состав гидролизата не определялись, вследствие чего показатели качества белка (AAS, EAAI) рассчитать невозможно. (3) Физиологическое состояние культур в момент отбора не документировано: кривые роста, оптическая плотность при сборе, остаточная концентрация метанола и конечный pH не регистрировались. (4) Хроматографическая методика применена как процедура разделения и количественного определения по внешнему стандарту; полная валидация (оценка правильности, прецизионности, отсутствия коэлюирования), а также определение предела обнаружения и предела количественного определения в рамках настоящей работы не проводились, поэтому соответствующие метрологические характеристики не приводятся. (5) Идентификация пиков основана на временах удерживания стандартной смеси; независимое подтверждение идентичности пиков не выполнялось. (6) Ключевое наблюдение работы — высокое содержание свободного гистидина у *M. fujisawaense* 1HXI — получено в однократном определении и требует подтверждения. С учётом перечисленного результаты настоящей работы имеют статус предварительной аналитической характеристики и не могут использоваться для оценки кормовой ценности биомассы.

Заключение

В работе выполнено предварительное описательное сравнение профиля свободных аминокислот в биомассе двух штаммов метилотрофных бактерий — *M. dankookense* 3HXI и *M. fujisawaense* 1HXI, культивируемых на метаноле в качестве единственного источника углерода.

Суммарное содержание идентифицированных свободных аминокислот составило 88,536 мг/г сухой биомассы у *M. dankookense* 3HXI и 112,739 мг/г у *M. fujisawaense* 1HXI. Установлено, что это различие определяется практически исключительно гистидином: при его исключении из расчёта суммарные пулы штаммов оказываются сопоставимыми (88,240 и 83,727 мг/г). У *M. dankookense* 3HXI преобладали аспарагиновая кислота, пролин, аланин и глутаминовая кислота, у *M. fujisawaense* 1HXI — гистидин, пролин, аспарагиновая кислота и аланин.

По отдельным незаменимым аминокислотам различия носили разнонаправленный характер: у *M. dankookense* 3HXI были выше значения для лейцина, лизина, треонина, валина и изолейцина, у *M. fujisawaense* 1HXI — для гистидина, метионина и фенилаланина. Аспарагин, глутамин и триптофан в условиях применённого метода не обнаружены.

Выявленное накопление свободного гистидина у *M. fujisawaense* 1HXI согласуется по направлению с опубликованными данными для *M. organophilum*, у которой гистидин также был преобладающим компонентом. Вместе с тем в настоящей работе это значение получено в однократном определении без подтверждения идентичности пика, и его проверка рассматривается авторами как первоочередная задача дальнейших исследований.

Полученные результаты носят характер первичной аналитической характеристики двух изолятов и не являются оценкой их кормовой ценности. Для того чтобы судить о пригодности данных штаммов в качестве продуцентов белковой кормовой добавки, необходимы дальнейшие исследования, включающие проведение независимых биологических повторностей с оценкой разброса и валидацией хроматографической методики, регистрацию параметров роста и выхода сухой биомассы, определение общего содержания белка и полного аминокислотного состава гидролизата с расчётом AAS и EAAI относительно потребностей конкретного вида животных, а также оценку содержания нуклеиновых кислот, переваримости и безопасности биомассы.

Благодарность

Авторы выражают благодарность Институту микробиологии Академии наук Республики Узбекистан за предоставленную возможность проведения исследований и создание необходимых условий для выполнения экспериментальной работы. Авторы благодарят У.Ж. Ишимова за выполнение хроматографического анализа свободных аминокислот.

Список литературы

1. Bidlingmeyer B.A., Cohen S.A., Tarvin T.L. Rapid analysis of amino acids using pre-column derivatization // Journal of Chromatography. – 1984. – T. 336. – P. 93–104.

2. Buttle L., Noorman H., Roa Engel C., Santigosa E. Bridging the protein gap with single-cell protein use in aquafeeds // Frontiers in Marine Science. – 2024. – T. 11. – Art. 1384083. – DOI: 10.3389/fmars.2024.1384083.
3. Fu X., Qiao W., Shi S. Microbial production of single cell proteins from single carbon substrates: a review // Food Science (Shipin Kexue). – 2023. – T. 44, № 3. – P. 1–11.
4. Goswami G., Hazarika D.J., Chowdhury N., Bora S.S., Sarmah U., Naorem R.S., Boro R.C., Barooah M. Proline confers acid stress tolerance to Bacillus megaterium G18 // Scientific Reports. – 2022. – T. 12. – Art. 8875. – DOI: 10.1038/s41598-022-12709-0.
5. Gundupalli M.P., Ansari S. da Costa J.P.V., Qiu F., Anderson J., Luckert M., Bressler D.C. Bacterial single cell protein (BSCP): a sustainable protein source from Methylobacterium species // Trends in Food Science & Technology. – 2024. – Art. 104426. – DOI: 10.1016/j.tifs.2024.104426.
6. Mardonov I.H., Shakirov Z.S., Xayrullayev A.X., Qurbonaliyeva M.N., Xudoyberdiyeva Sh.I., Azimova N.Sh. Past molekulali spirtlar asosida ozuqa oqsili olish uchun faol shtammlarni tanlash // International Scientific and Practical Conference “State and Prospects of Development of Fundamental and Applied Microbiology”, September 24–25. – 2025.
7. Meng J., Liu S., Gao L., Hong K., Liu S., Wu X. Economical production of Pichia pastoris single cell protein from methanol at industrial pilot scale // Microbial Cell Factories. – 2023. – T. 22. – Art. 198. – DOI: 10.1186/s12934-023-02198-9.
8. Nath S. Integration of microbial proteins into traditional food systems: innovations, challenges, and future perspectives // Food Reviews International. – 2026. – T. 42, № 3. – P. 1532–1557. – DOI: 10.1080/87559129.2025.2520453.
9. Rasool K., Hussain S., Shahzad A., Miran W., Mahmoud K.A., Ali N., Almomani F. Comprehensive insights into sustainable conversion of agricultural and food waste into microbial protein for animal feed production // Reviews in Environmental Science and Bio/Technology. – 2023. – T. 22. – P. 527–562. – DOI: 10.1007/s11157-023-09651-6.
10. Shi A., Chi M., Zhu Z., Bai W., Cai J., Chen L., Li D. Screening and fermentation optimization of Methylophilus sp. HN238 for efficient microbial protein production using methanol // Systems Microbiology and Biomanufacturing. – 2025. – T. 5, № 3. – P. 1050–1066. – DOI: 10.1007/s43393-025-00373-0.
11. Simões A.C.P., Fernandes R.P., Barreto M.S. Marques da Costa G.B., de Godoy M.G., Freire D.M.G., Pereira Jr. N. Growth of Methylobacterium organophilum in methanol for the simultaneous production of single-cell protein and metabolites of interest // Food Technology and Biotechnology. – 2022. – T. 60, № 3. – P. 338–349. – DOI: 10.17113/ftb.60.03.22.7372.
12. Singh H.B., Kang M.-K., Kwon M., Kim S.-W. Developing methylotrophic microbial platforms for a methanol-based bioindustry // Frontiers in Bioengineering and Biotechnology. – 2022. – T. 10. – Art. 1050740. – DOI: 10.3389/fbioe.2022.1050740.
13. Takegawa R., Kono N. Species selection criteria for sustainable bacterial single cell protein // npj Science of Food. – 2026. – T. 10. – Art. 231. – DOI: 10.1038/s41538-026-00828-1.

14. Toride Y. Lysine and other amino acids for feed: production and contribution to protein utilization in animal feeding // Protein Sources for the Animal Feed Industry: FAO Expert Consultation and Workshop, Bangkok, Thailand, 29 April – 3 May 2002. FAO Animal Production and Health Proceedings No. 1. – Rome: Food and Agriculture Organization of the United Nations, 2004. – № 1. – P. 161–166.
15. Xu B., Liu Y., Chen K., Wang L., Sagada G., Tegomo A.F., Yang Y., Sun Y., Zheng L., Ullah S., Shao Q. Evaluation of methanotroph (Methylococcus capsulatus, Bath) bacteria meal (FeedKind®) as an alternative protein source for juvenile black sea bream, Acanthopagrus schlegelii // Frontiers in Marine Science. – 2021. – T. 8. – Art. 778301. – DOI: 10.3389/fmars.2021.778301.

Статья поступила в редакцию: 07.09.2026
Статья принята к публикации: 13.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 577.112.85

Коллагеновые биоматериалы: структура, получение и современные направления биомедицинского применения

Махкамов Жавохир Нодирович
ассистент
Фармацевтический институт образования и исследований
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: jmaxkamov1010@gmail.com

Collagen biomaterials: structure, production and current directions of biomedical application

Makhkamov Javokhir
Institute of Pharmaceutical Education and Research
Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

Цель настоящего обзора – систематизация современных представлений о структурно-биологических особенностях коллагена, источниках и технологиях его получения, а также критический анализ перспектив применения коллагенсодержащих биоматериалов в биомедицине. Методология работы основана на обзорно-аналитическом сопоставлении научных публикаций, представленных в библиографии статьи, с акцентом на исследования последних лет, посвящённые коллагеновым композитам, гидрогелям, скаффолдам, 3D-биопечати, функционализации и системам доставки биологически активных веществ. Показано, что биосовместимость, биоразлагаемость и способность коллагена формировать клеточно-совместимый внеклеточный матрикс определяют его ценность для регенеративной медицины и тканевой инженерии. Рассмотрены животные и морские источники, кислотная и ферментативная экстракция, а также способы структурно-функциональной модификации. Сопоставление подходов показывает, что повышение механической стабильности и управляемости деградации обычно достигается сшиванием, композитной модификацией или архитектуризацией, тогда как биологическая эффективность определяется сохранением клеточной совместимости и введением функциональных компонентов. Особое внимание уделено коллаген-серебряным композитам, многослойным ламинатам, технологии ускоренной сборки TRACE и 3D-биопечати. Практическая значимость рассмотренных

Библиографическое описание: Махкамов Ж.Н. Коллагеновые биоматериалы: структура, получение и современные направления биомедицинского применения // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23392

подходов заключается в возможности создавать биоматериалы с регулируемыми механическими свойствами, архитектурой, биодеградацией и кинетикой высвобождения активных компонентов для лечения ран, ожогов и регенерации тканей.

Abstract

The aim of this review is to systematize current knowledge of the structural and biological features of collagen, its sources and production technologies, and to analyze the prospects for collagen-containing biomaterials in biomedicine. The methodology is based on a comparative analytical review of the scientific publications included in the article bibliography, with emphasis on recent studies of collagen composites, hydrogels, scaffolds, 3D bioprinting, functionalization, and delivery systems for biologically active substances. The analysis shows that collagen biocompatibility, biodegradability, and ability to form a cell-compatible extracellular matrix determine its value for regenerative medicine and tissue engineering. Traditional animal and alternative marine collagen sources, acid and enzymatic extraction, and approaches to structural and functional modification are considered. Current developments demonstrate a transition from native collagen used as a passive scaffold toward multifunctional composites combining antibacterial, regenerative, and pharmacological properties. Particular attention is paid to collagen-silver composites, multilayer laminates, the rapid collagen assembly TRACE technology, and 3D bioprinting. The practical significance of these approaches lies in the possibility of designing biomaterials with controllable mechanical properties, architecture, and release kinetics of active components for wound and burn treatment and tissue regeneration.

Ключевые слова: коллаген, биоматериалы, тканевая инженерия, регенеративная медицина, коллагеновые композиты, 3D-биопечать, раневые покрытия.

Keywords: collagen, biomaterials, tissue engineering, regenerative medicine, collagen composites, 3D bioprinting, wound dressings.

Введение

Коллаген – семейство структурных белков внеклеточного матрикса, обеспечивающих механическую прочность и организацию соединительных тканей и одновременно участвующих в клеточной адгезии, миграции и дифференцировке [10; 12]. Биосовместимость, биоразлагаемость и способность формировать волокнистые и трёхмерные структуры обусловили широкое применение коллагена в гидрогелях, мембранах, губках, скаффолдах и системах доставки лекарственных веществ [6; 11; 14; 15]. Однако животные источники связаны с вариабельностью сырья, потенциальными инфекционными и иммунологическими рисками и рядом культурных ограничений, что стимулирует развитие альтернативных источников и методов переработки [8; 9]. Современный вектор исследований направлен на переход от нативного коллагена как пассивного каркаса к функционализированным и архитектурированным материалам с регулируемыми физико-химическими и биологическими свойствами [2; 17]. Цель обзора – систематизировать сведения о структуре, источниках и получении коллагена и проанализировать современные направления его биомедицинского применения, включая регенеративную медицину, 3D-биопечать, доставку активных веществ и лечение ран.

Материалы и методы

Работа выполнена как обзорно-аналитическое исследование 17 источников, представленных в библиографии. Анализ охватывал сведения о структуре и биосинтезе коллагена, источниках и методах экстракции, формах и модификации биоматериалов, а также экспериментальные данные по регенерации тканей, 3D-биопечати, функционализированным композитам и раневым покрытиям. Приоритет отдавался публикациям 2021–2026 гг.; более ранние работы использованы для фундаментальных положений о семействе коллагенов и сравнительных данных по лечению ожогов [5; 7].

Результаты и обсуждение

Структура, биологическая роль и получение коллагена

Молекула коллагена образована тремя полипептидными α-цепями, формирующими тройную спираль с повторяющимся мотивом Gly-X-Y; глицин обеспечивает плотную упаковку цепей, а пролин и гидроксипролин участвуют в стабилизации структуры [7; 10]. Суперсемья человека включает 28 типов коллагена; наиболее значимы фибриллообразующие типы I, II, III, V и XI. Коллаген I преобладает в коже, костях, сухожилиях и связках, II — в хряще, III – в ретикулярных структурах и коже [7; 12]. Иерархическая организация фибрилл обеспечивает механическую устойчивость тканей, тогда как взаимодействие коллагена с клеточными рецепторами поддерживает адгезию, миграцию, пролиферацию и дифференцировку, что определяет его ценность для биомиметических материалов [2; 15].

Промышленный коллаген традиционно получают из кожи, костей и других богатых соединительной тканью побочных продуктов животного происхождения. Основные стадии включают предварительную обработку, кислотную, ферментативную или комбинированную экстракцию и очистку; применение пепсина повышает растворимость за счёт удаления телопептидных участков при необходимости сохранения тройной спирали [2; 8]. Альтернативой служит морское сырьё – кожа, чешуя, плавники и кости рыб; для его переработки применяют кислотную, ферментативную и ультразвуковую экстракцию [9]. Полученный белок формуют в растворы, волокна, мембраны, губки, гидрогели и скаффолды, а механические и функциональные свойства регулируют сшиванием, электроспиннингом и комбинированием с биополимерами или неорганическими компонентами [6; 15]. Денатурация и гидролиз дают желатин и коллагеновые пептиды с иными функциональными свойствами [7].

Коллагеновые материалы в регенеративной медицине и 3D-биопечати

Коллагеновые скаффолды и гидрогели создают клеточно-совместимое трёхмерное микроокружение и применяются для регенерации кожи, костной и хрящевой ткани [6; 11; 14]. Вместе с тем нативный коллаген характеризуется ограниченной механической стабильностью и сравнительно быстрой биодеградацией, поэтому его практическое использование часто требует сшивания, композитной модификации или архитектуризации [2;

17]. Эти вмешательства повышают устойчивость конструкции и позволяют вводить дополнительные функции, но одновременно усложняют состав материала и требуют контроля цитосовместимости продуктов модификации.

Технология TRACE ускоряет сборку коллагена I при физиологически совместимых условиях и обеспечивает формирование клеточных и бесклеточных конструкций, включая филаменты с разрешением менее 5 мкм [4]. Её преимущество состоит в использовании немодифицированного коллагена и высокой пространственной управляемости; при этом для клинической трансляции необходимы данные о долговременной механической стабильности и деградации. Пятислойные ламинаты, напротив, ориентированы на сочетание механической организации и контролируемой доставки активных веществ [3]. Таким образом, TRACE и многослойные системы решают разные задачи и не должны рассматриваться как взаимозаменяемые технологии.

Функционализация и доставка биологически активных веществ

Функционализация позволяет компенсировать отсутствие выраженной собственной антимикробной активности коллагена [16]. В работе Vasil’kov и др. наночастицы Ag размером 13,0 ± 3,5 нм обеспечивали ингибирование *Bacillus subtilis* (6,5 ± 0,4 мм), *Escherichia coli* (11,3 ± 0,7 мм) и *Aspergillus niger* (6,5 ± 0,4 мм) [13]. Преимуществом Ag-композита является выраженная антимикробная функция, однако усиление биологической активности должно оцениваться совместно с цитотоксичностью и дозозависимыми эффектами серебра; поэтому такая модификация требует более строгого контроля безопасности, чем нативная матрица.

Коллагеновые гидрогели, губки, мембраны и многослойные конструкции могут служить локальными носителями активных веществ [14; 16]. В ламинате Gaschik и др. сочетались ванкомицин, BMP-2 и SDF-1α, что позволяло объединять контроль инфекции, стимуляцию костеобразования и клеточный рекрутинг [3]. Основное преимущество многокомпонентных систем – возможность программировать несколько терапевтических функций, а ограничение – усложнение стандартизации состава, кинетики высвобождения и воспроизводимости. 3D-биопечать дополнительно обеспечивает пространственное размещение матрицы и компонентов, но предъявляет повышенные требования к реологии, стабильности и жизнеспособности клеток [16].

Применение при лечении ран и ожогов

Практический потенциал коллагеновых материалов подтверждается исследованиями раневых покрытий. На модели ожога IIIA степени коллагеновые матрицы из кожевенных отходов уменьшали площадь раны и нормализовали показатели окислительно-антиоксидантного баланса; наиболее выраженный эффект отмечен для варианта с кисломолочной композицией [1]. При ожоге IIIb степени коллаген-хитозановая повязка Kollakhit-Bol ускоряла формирование грануляционной и фиброзной ткани и переход воспаления к продуктивной фазе по сравнению с коллагеновой повязкой [5]. Эти данные

подтверждают, что композитная модификация способна усиливать репаративный эффект, однако прямое сравнение разных платформ ограничено различиями моделей, состава материалов и конечных точек исследований.

Сравнительная оценка основных подходов к модификации коллагеновых биоматериалов

Сопоставление рассмотренных подходов показывает, что выбор способа модификации коллагеновых биоматериалов определяется необходимым соотношением механической стабильности, скорости биодеградации и требуемой биологической эффективности. Нативные коллагеновые скаффолды и гидрогели обладают высокой биосовместимостью и создают благоприятное микроокружение для адгезии, миграции и пролиферации клеток, однако их применение ограничивается сравнительно низкой механической стабильностью и достаточно быстрой деградацией. Поэтому для материалов, предназначенных для длительного сохранения формы и механической поддержки регенерирующей ткани, требуется дополнительное сшивание, создание композитных систем или изменение пространственной архитектуры материала [2; 6; 11; 14; 15].

Технология TRACE представляет иной подход к регулированию свойств коллагеновых конструкций. Ускоренная сборка коллагена I в условиях макромолекулярного crowding позволяет формировать пространственно организованные структуры из немодифицированного белка и получать филаменты с разрешением менее 5 мкм [4]. Существенным преимуществом данного метода является возможность сочетания управляемого формообразования с сохранением природных взаимодействий коллагена с клетками. В то же время его преимущество заключается прежде всего в контроле процесса сборки и архитектуры материала, тогда как приведённые в рассматриваемом исследовании данные не позволяют напрямую количественно сопоставить скорость биодеградации TRACE-конструкций с другими типами коллагеновых материалов. Это следует учитывать при оценке перспектив их длительного применения *in vivo*.

Многослойные коллагеновые ламинаты позволяют регулировать механические характеристики материала и одновременно управлять включением и высвобождением биологически активных веществ. В частности, введение ванкомицина, BMP-2 и SDF-1α обеспечивает сочетание антибактериального действия, стимуляции костеобразования и привлечения клеток [3]. По сравнению с однокомпонентными коллагеновыми матрицами многослойная организация расширяет возможности функционального управления материалом, однако усложняет его структуру и технологию изготовления. Скорость деградации и высвобождения активных компонентов при этом зависит от состава и организации отдельных слоёв, поэтому данные параметры должны оптимизироваться применительно к конкретной клинической задаче.

Другим направлением является функционализация коллагена компонентами, обеспечивающими дополнительную биологическую активность. Так, введение наночастиц серебра позволяет компенсировать отсутствие выраженного собственного антимикробного действия коллагена. Исследованный Ag-содержащий композит проявлял ингибирующую активность в отношении *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli* и *Aspergillus niger* [13]. Преимуществом такого подхода является сочетание структурной функции коллагеновой

матрицы с антимикробным эффектом. Вместе с тем повышение функциональной активности не должно рассматриваться изолированно от биосовместимости: концентрация и характер распределения наночастиц требуют контроля вследствие потенциального цитотоксического действия функционального компонента.

3D-биопечать и создание коллагеновых композитов обеспечивают наиболее широкие возможности управления геометрией, пористостью и пространственным распределением компонентов конструкции [16]. Это позволяет адаптировать материал к конкретному тканевому дефекту и сочетать структурную поддержку с дополнительными антибактериальными, противовоспалительными, антиоксидантными или остеогенными функциями. Однако увеличение сложности состава и архитектуры одновременно повышает требования к воспроизводимости процесса, контролю механических характеристик и согласованию скорости деградации материала со скоростью формирования новой ткани.

Таким образом, рассмотренные способы модификации нельзя однозначно ранжировать по эффективности. Нативный коллаген обеспечивает благоприятную биологическую среду, но характеризуется ограниченной механической устойчивостью; TRACE расширяет возможности контролируемого формообразования без глубокой химической модификации белка; многослойные ламинаты позволяют сочетать механическую функцию с регулируемой доставкой активных веществ; Ag-композиты усиливают антимикробные свойства, но требуют контроля безопасности; 3D-печатные композиты предоставляют наиболее широкие возможности архитектуризации, одновременно усложняя технологию получения. Следовательно, перспективность конкретной модификации должна оцениваться не по отдельному показателю, а по совокупности механической стабильности, кинетики биодеградации, биологической эффективности и технологической воспроизводимости.

Заключение

Коллаген сочетает биосовместимость, биоразлагаемость и способность поддерживать клеточное микроокружение, что сохраняет его ключевое значение для регенеративной медицины. Сравнительный анализ показывает, что сшивание и архитектуризация прежде всего повышают механическую стабильность и управляемость деградации, тогда как функционализация усиливает антибактериальную, регенеративную или фармакологическую активность. Однако рост функциональности сопровождается усложнением состава, стандартизации и оценки безопасности. Поэтому перспективно целевое проектирование материала под конкретную клиническую задачу с одновременным контролем механических свойств, биодеградации и биологической эффективности. Дальнейшие исследования должны быть направлены на унификацию сравнительных испытаний, стандартизацию сырья и масштабирование технологий получения пространственно организованных материалов.

Список литературы

1. Лебедева С.Н, Тыхеев А.А, Шалбуев Д.В, Тумурова Т.Б, Баяржаргал М, Жамсаранова С.Д. Оценка репаративной эффективности коллагеновых матриц на модели термического ожога. Acta Biomedica Scientifica. 2022;7(1):220–231. doi:10.29413/ABS. 2022–7.1.25.

2. Amirrah IN, et al. A comprehensive review on collagen type I development of biomaterials for tissue engineering: from biosynthesis to bioscaffold. Biomedicines. 2022;10(9):2307. doi: 10.3390/biomedicines10092307.
3. Gaschik T, Eßbach C, Fischer D, Nickel D, Ritz U. Scalable multi-layer collagen laminates for regenerative medicine. Biomater Adv. 2025;177:214422. doi:10.1016/j.bioadv.2025.214422.
4. Gong X, Wen Z, Liang Z, Xiao H, Lee S, Rossello-Martinez A, et al. Instant assembly of collagen for tissue engineering and bioprinting. Nat Mater. 2025;24(8):1307–1318. doi:10.1038/s41563-025-02241-7.
5. Kirichenko A.K, Bolshakov I.N, Ali-Riza A.E, Vlasov A.A. Morphological study of burn wound healing with the use of collagen-chitosan wound dressing. Bull Exp Biol Med. 2013;154(5): 692–696. doi:10.1007/s10517-013-2232-1. PMID:23658900.
6. Rezvani Ghomi E, Nourbakhsh N, Akbari Kenari M, Zare M, Ramakrishna S. Collagen-based biomaterials for biomedical applications. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2021;109(12): 1986. – 1999. – DOI: 10.1002/jbm.b.34881.
7. Ricard-Blum S. The collagen family. Cold Spring Harb Perspect Biol. 2011;3(1):a004978. doi: 10.1101/cshperspect.a004978.
8. Salim NV, Madhan B, Glattauer V, Ramshaw JAM. Comprehensive review on collagen extraction from food by-products and waste as a value-added material. Int J Biol Macromol. 2024;278(Pt 1):134374. doi:10.1016/j.ijbiomac.2024.134374.
9. Shaik MI, Rahman SHA, Yusri AS, Ismail-Fitry MR, Kumar NSS, Sarbon NM. A review on the processing technique, physicochemical, and bioactive properties of marine collagen. J Food Sci. 2024;89(9):5205–5229. doi:10.1111/1750–3841.17273.
10. Shenoy M, Sayed Abdul N, Qamar Z, Al Bahri BM, Al Ghalayini KZK, Kakti A. Collagen structure, synthesis, and its applications: a systematic review. Cureus. 2022;14(5):e24856. doi: 10.7759/cureus.24856.
11. Sowbhagya R, Muktha H, Ramakrishnaiah TN, et al. Collagen as the extracellular matrix biomaterials in the arena of medical sciences. Tissue Cell. 2024;90:102497. doi:10.1016/j.tice. 2024.102497.
12. Tseomashko N.E., Rai M., Vasil’kov Al.Yu. New hybrid materials for wound cover dressings. Chapter 12, Editor(s): Mahendra Rai, Carolina Alves dos Santos. Biopolymer-Based Nano Films, Elsevier, 2021, Pages 203–245,, doi:10.1016/B978-0-12-823381-8.00007-7.
13. Vasil'kov A, Tseomashko N, Tretyakova A, Abidova A, Butenko I, Pereyaslavtsev A, et al. Wound Coating Collagen-Based Composites with Ag Nanoparticles: Synthesis, Structure and Biological Activity. Coatings. 2023;13(8):1315. doi:10.3390/coatings13081315.
14. Wang Y, Wang Z, Dong Y. Collagen-Based Biomaterials for Tissue Engineering. ACS Biomater Sci Eng. 2023;9(3):1132–1150. doi:10.1021/acsbiomaterials.2c00730.
15. Wosicka-Frąckowiak H, Poniedziałek K, Woźny S, Kuprianowicz M, Nyga M, Jadach B, et al. Collagen and its derivatives serving biomedical purposes: a review. Polymers (Basel). 2024;16(18):2668. doi:10.3390/polym16182668.

16. Zheng L, Tseomashko N, Voronova A, Vasil'kov A, Hu X, Wang X. Recent advances of collagen composite biomaterials for biomedical engineering: antibacterial functionalization and 3D-printed architecturalization. Collagen Leather. 2024;6:22. doi:10.1186/s42825-024-00164-8.
17. Zheng L, Su Y, Li S, Li X, Zhang Y, Tseomashko N.E, Azimova S.S, Wang X. Injectable multifunctional sponges with rough sieve structure and efficient shape-recoverability for small-sized penetrating wound // Journal of Colloid and Interface Science. – 2026. – DOI: 10.1016/j.jcis.2025.138896.

References

1. Lebedeva S.N., Tykheev A.A., Shalbuev D.V., Tumurova T.B., Bayarzhalgal M., Zhamsaranova S.D. Evaluation of the reparative efficacy of collagen matrices in a thermal burn model // Acta Biomedica Scientifica. – 2022. – Vol. 7. – P. 220–231. – DOI: 10.29413/ABS.2022–7.1.25. (In Russ.)
2. Amirrah I.N., et al. A comprehensive review on collagen type I development of biomaterials for tissue engineering: from biosynthesis to bioscaffold. Biomedicines. – 2022. – № 10 (9). – P. 2307. –doi:10.3390/biomedicines10092307.
3. Gaschik T, Eßbach C, Fischer D, Nickel D, Ritz U. Scalable multi-layer collagen laminates for regenerative medicine // Biomaterials Advances. – 2025. – Vol. 177. – DOI: 10.1016/j.bioadv.2025.214422.
4. Gong X., Wen Z., Liang Z., Xiao H., Lee S., Rossello-Martinez A. et al. Instant assembly of collagen for tissue engineering and bioprinting // Nature Materials. – 2025. – Vol. 24. – P. 1307–1318. – DOI: 10.1038/s41563-025-02241-7.
5. Kirichenko A.K.Bolshakov I.N., Ali-Riza A.E., Vlasov A.A. Morphological study of burn wound healing with the use of collagen-chitosan wound dressing // Bulletin of Experimental Biology and Medicine. – 2013. – Vol. 154. – P. 692–696. – DOI: 10.1007/s10517-013-2232-1.
6. Rezvani Ghomi E, Nourbakhsh N, Akbari Kenari M, Zare M, Ramakrishna S. Collagen-based biomaterials for biomedical applications // Journal of Biomedical Materials Research Part B. – 1999. – Vol. 109. – P. 1986–1999. – DOI: 10.1002/jbm.b.34881.
7. Ricard-Blum S. The collagen family // Cold Spring Harbor Perspectives in Biology. – 2011. – Vol. 3. – Art. 004978. – DOI: 10.1101/cshperspect.a004978.
8. Salim N.V., Madhan B., Glattauer V., Ramshaw J.A.M. Comprehensive review on collagen extraction from food by-products and waste as a value-added material // International Journal of Biological Macromolecules. – 2024. – Vol. 278, Pt. 1. – P. 134–374. – DOI: 10.1016/j.ijbiomac.2024.134374.
9. Shaik M.I., Rahman S.H.A., Yusri A.S., Ismail-Fitry M.R., Kumar N.S.S., Sarbon N.M. A review on the processing technique, physicochemical, and bioactive properties of marine collagen // Journal of Food Science. – 2024. – Vol. 89. – P. 5205–5229. – DOI: 10.1111/1750–3841.17273.

10. Shenoy M., Sayed Abdul N., Qamar Z., Al Bahri B.M., Al Ghalayini K.Z.K., Kakti A. Collagen structure, synthesis, and its applications: a systematic review // Cureus. – 2022. – Vol. 14. – DOI: 10.7759/cureus.24856.
11. Sowbhagya R., Muktha H., Ramakrishnaiah T.N. et al. Collagen as the extracellular matrix biomaterials in the arena of medical sciences // Tissue and Cell. – 2024. – Vol. 90. – DOI: 10.1016/j.tice.2024.102497.
12. Tseomashko N.E., Rai M., Vasil’kov Al.Yu. New hybrid materials for wound cover dressings. Chapter 12 // Ed.: Mahendra Rai, Carolina Alves dos Santos. Biopolymer-Based Nano Films. – 2021. – P. 203–245. – DOI: 10.1016/B978-0-12-823381-8.00007-7.
13. Vasil'kov A., Tseomashko N., Tretyakova A., Abidova A., Butenko I., Pereyaslavtsev A. et al. Wound Coating Collagen-Based Composites with Ag Nanoparticles: Synthesis, Structure and Biological Activity // Coatings. – 2023. – Vol. 13. – DOI: 10.3390/coatings13081315.
14. Wang Y., Wang Z., Dong Y. Collagen-Based Biomaterials for Tissue Engineering // ACS Biomaterials Science & Engineering. – 2023. – Vol. 9. – DOI: 10.1021/acsbiomaterials. 2c00730.
15. Wosicka-Frąckowiak H, Poniedziałek K, Woźny S, Kuprianowicz M, Nyga M, Jadach B, et al. Collagen and its derivatives serving biomedical purposes: a review // Polymers (Basel). – 2024. – Vol. 16. – DOI: 10.3390/polym16182668.
16. Zheng L., Su Y., Li S., Li X., Zhang Y., Tseomashko N.E., Azimova S.S., Wang X. Injectable multifunctional sponges with rough sieve structure and efficient shape-recoverability for small-sized penetrating wound // Journal of Colloid and Interface Science. – 2026. – Vol. 702, Pt. 1. – DOI: 10.1016/j.jcis.2025.138896.
17. Zheng L., Tseomashko N., Voronova A., Vasil'kov A. Hu X, Wang X. Recent advances of collagen composite biomaterials for biomedical engineering: antibacterial functionalization and 3D-printed architecturalization // Collagen Leather. – 2024. – Vol. 6. – DOI: 10.1186/ s42825-024-00164-8.

Статья поступила в редакцию: 10.09.2026
Статья принята к публикации: 25.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 581.9+631.53

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23473

Виды рода *Astragalus* L.: ботаническое разнообразие и перспективы сохранения в центральной Азии

Хомидова Хурсантош Юсуф кизи
учитель биологии общеобразовательная школа №138 Чиланзарского района
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Кодиров Улугбек Хамрокулович
ст. науч. сотр., Институт ботаники Академии наук Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Турдиев Достон Эргаш угли
мл. науч. сотр
Институт ботаники Академии наук Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Жамалова Дилафруз Неъматилла кизи
мл. науч. сотр
Имл. науч. сотр.,
Институт ботаники Академии наук Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент
E-mail: dilafruz.bel.91@mail.ru

Astragalus L. species: botanical diversity and conservation prospects in Central Asia

Khomidova Khursantosh
Biology Teacher
General Secondary School No. 138,
Chilanzar District,
Republic of Uzbekistan, Tashkent
Kodirov Ulugbek
Senior scientific research Institute of Botany, Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Republic of Uzbekistan, Tashkent
Turdiev Doston
Junior scientific research Institute of Botany, Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Republic of Uzbekistan, Tashkent
Jamalova Dilafruz
Junior scientific research,
Institute of Botany, Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan,
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Библиографическое описание: Виды рода Astragalus L.: ботаническое разнообразие и перспективы сохранения в Центральной Азии // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Хомидова Х.Ю. кизи [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23473

Аннотация

Род *Astragalus* L. (Fabaceae) является одним из наиболее многочисленных родов покрытосеменных растений и характеризуется высоким видовым разнообразием, а также экологическим, лекарственным и природоохранным значением. Центральная Азия, включая Узбекистан, отличается значительным разнообразием видов *Astragalus*, среди которых встречаются редкие и эндемичные таксоны. Деградация местообитаний, интенсивный выпас скота, изменение климата и ограниченное естественное возобновление создают угрозу сохранению ряда видов. В связи с этим культура *in vitro* и микроклональное размножение рассматриваются как перспективные методы сохранения и размножения редких растений *ex situ*. В настоящем обзоре обобщены опубликованные данные по проращиванию семян, введению эксплантов в культуру, индукции каллуса, регенерации и размножению побегов, укоренению и акклиматизации растений рода *Astragalus*. Особое внимание уделено использованию среды Murashige–Skoog и фитогормонов, включая BA/BAP, кинетин, TDZ, IBA, IAA, NAA и 2,4-D. Показано, что эффективность культивирования существенно зависит от видовой специфичности и состава питательной среды. Культуры *in vitro* также могут использоваться для получения биологически активных вторичных метаболитов, включая флавоноиды и астрагалозиды. Несмотря на достигнутые результаты, виды *Astragalus* Центральной Азии остаются недостаточно изученными, что обосновывает необходимость разработки эффективных видоспецифических протоколов *in vitro* для их сохранения и биотехнологического использования.

Abstract

The genus *Astragalus* L. (Fabaceae) is one of the largest genera of flowering plants and is characterized by high species diversity as well as ecological, medicinal, and conservation importance. Central Asia, including Uzbekistan, is particularly rich in *Astragalus* species, among which numerous rare and endemic taxa occur. Habitat degradation, intensive grazing, climate change, and limited natural regeneration threaten the conservation of several species. Therefore, *in vitro* culture and micropropagation are considered promising approaches for the conservation and ex situ propagation of rare *Astragalus* plants. This review summarizes published data on seed germination, explant establishment, callus induction, shoot regeneration and multiplication, rooting, and plant acclimatization in *Astragalus* species. Particular attention is given to the effects of Murashige–Skoog (MS) medium and plant growth regulators, including BA/BAP, kinetin, TDZ, IBA, IAA, NAA, and 2,4-D. The reviewed studies demonstrate considerable species-specific responses of Astragalus explants to culture conditions and growth regulator combinations. *In vitro* cultures can also serve as valuable systems for the production of biologically active secondary metabolites, including flavonoids and astragalosides. Despite existing research, Central Asian *Astragalus* species remain insufficiently studied, highlighting the need to develop species-specific in vitro protocols for their conservation, *ex situ* propagation, and biotechnological utilization.

Ключевые слова: Astragalus L, культура тканей, in vitro-регенерация, каллусная культура, сохранение растений, Центральная Азия, Узбекистан.

Keywords: Astragalus L, tissue culture, in vitro regeneration, callus culture, plant conservation, Central Asia.

Введение

Род *Astragalus* L. относится к семейству Fabaceae и является одним из наиболее богатых видами родов покрытосеменных растений. Представители рода распространены преимущественно в Северном полушарии, особенно широко представлены в Евразии. Таксономическая сложность *Astragalus* обусловлена значительным морфологическим разнообразием, региональным эндемизмом и наличием групп с недостаточно изученным видовым статусом. Современные молекулярно-филогенетические исследования представителей Центральной Азии также показывают важность комплексного использования морфологических и молекулярных данных при изучении систематики рода (Munkhtulga et al., 2026).

Центральная Азия является важным центром разнообразия и эндемизма *Astragalus*. На основании анализа гербарных материалов в Горносреднеазиатской провинции было выявлено 47 таксонов нескольких секций рода, из которых 35 являются эндемиками исследованной территории (Tojibaev et al., 2014). Высокое видовое разнообразие *Astragalus* сопровождается значительными природоохранными проблемами. Многие виды имеют узкий ареал и произрастают в горных, предгорных, пустынных и полупустынных местообитаниях. Выпас скота, деградация местообитаний, эрозия почв, засухи и другие экологические факторы могут отрицательно влиять на малочисленные популяции. Особое значение проблема имеет для Узбекистана. Флористические исследования указывают на наличие около 268 видов *Astragalus* в пределах современной территории страны (Tojibaev et al., 2014). Среди них имеются узкоареальные эндемики и редкие виды.

Современные исследования *Astragalus centralis* E. Sheld. показывают критическое состояние данного узкоэндемичного узбекского вида (Khabibullaev et al., 2026). Аналогично, *Astragalus austroferganicus* Kamelin & V.M.Vinogr. характеризуется крайне ограниченным распространением и нуждается в мониторинге и мероприятиях по сохранению ex situ (Khoshimova et al., 2025).

Традиционное размножение редких видов *Astragalus* может быть ограничено низкой доступностью семян, физическим покоем семян, низкой всхожестью и малочисленностью природных популяций. Поэтому культура тканей и микроклональное размножение представляют перспективный альтернативный подход.

Целью настоящего обзора является обобщение опубликованных данных о размножении видов *Astragalus in vitro*, определение основных факторов, влияющих на регенерацию и размножение, а также оценка перспектив применения данных методов для редких и эндемичных видов Центральной Азии, прежде всего Узбекистана.

Материалы и методы

Настоящая работа выполнена в формате литературного обзора. Были проанализированы научные публикации, посвященные культуре тканей *Astragalus*, микроклональному размножению, регенерации in vitro, каллусным культурам, корневым культурам, продукции вторичных метаболитов и сохранению редких видов. Поиск литературы проводился по научным базам данных и платформам научных издательств, включая PubMed, ScienceDirect, SpringerLink, MDPI, Turkish Journal of Botany, PhytoKeys, Phytotaxa и региональные

ботанические издания. Использовались комбинации поисковых терминов: «*Astragalus in vitro*», «*Astragalus micropropagation*», «*Astragalus tissue culture*», «*Astragalus regeneration*», «*Astragalus callus culture*», «*Astragalus Central Asia*», «*Astragalus Uzbekistan*» и соответствующие термины.

Особое внимание уделялось исследованиям, в которых были представлены конкретные типы эксплантов, состав питательных сред, концентрации фитогормонов, показатели регенерации, укоренения и акклиматизации.

Результаты и обсуждение

Виды *Astragalus* являются важными компонентами природных экосистем и обладают значительным фитохимическим и лекарственным потенциалом. Ряд представителей рода содержит флавоноиды, полисахариды, тритерпеновые сапонины и другие биологически активные вещества. Особое внимание уделяется *Astragalus membranaceus* и близкородственным таксонам благодаря накоплению циклоартановых сапонинов — астрагалозидов (Li et al., 2023).

Биотехнологическое значение *Astragalus* связано главным образом с двумя направлениями: сохранением редких видов и устойчивым получением ценных вторичных метаболитов. Культура in vitro позволяет контролировать условия выращивания и получать растительный материал независимо от сезонных и экологических ограничений (Li et al., 2023).

Для Центральной Азии природоохранный аспект имеет особое значение. Тянь-Шань отличается высоким уровнем эндемизма сосудистых растений, а *Astragalus* относится к числу наиболее представленных родов эндемичной флоры (Mosyakin et al., 2020)

Успешное микроклональное размножение начинается с получения стерильных и физиологически жизнеспособных эксплантов. Семена являются одним из наиболее удобных исходных материалов, поскольку из проростков можно получать гипокотили, семядоли, апикальные и пазушные почки.

Одной из основных проблем является покой семян. У многих представителей Fabaceae твердая семенная оболочка ограничивает поступление воды и замедляет прорастание. Исследование *Astragalus thracicus* и *Astracantha aitosensis* показало, что скарификация семян после стерилизации способствует повышению всхожести и ускоряет получение стерильных проростков (Vasilev et al., 2026). В исследовании *A. glycyphyllos* также было показано положительное влияние скарификации на прорастание; максимальная зарегистрированная всхожесть в исследованных условиях составила 67,8 % (Krasteva et al., 2026). Таким образом, предпосевная обработка семян может быть одним из ключевых этапов введения *Astragalus* в культуру *in vitro*.

Наиболее часто используемой базовой средой в исследованиях *Astragalus* является среда Murashige–Skoog (MS). Однако оптимальные концентрации и сочетания фитогормонов существенно различаются в зависимости от вида и типа экспланта. Для индукции и размножения побегов важное значение имеют цитокинины. В исследованиях применялись BA/BAP, кинетин, зеатин и TDZ.

Для *Astragalus chrysochlorus* максимальное размножение составило 13 побегов на один гипокотильный эксплант при использовании MS с 0,5 мг/л транс-зеатинрибозида. Укоренение достигало 93 % на среде MS без регуляторов роста с 2 % сахарозы (Hasançebi et al., 2011). В исследовании *A. glycyphyllos* максимальная частота регенерации составила 95 % на MS с 0,5 мг/л TDZ (Krasteva et al., 2026).

Ауксины преимущественно используются для укоренения или индукции каллуса. IAA и IBA часто применяются для стимуляции корнеобразования, тогда как 2,4-D и NAA могут стимулировать образование каллуса или корней в зависимости от вида и концентрации. Для *A. membranaceus* var. *alpinus* наиболее высокий показатель укоренения был получен на среде B5 с 0,1 мг/л IBA (Han et al., 2014).

Каллусные культуры имеют значение как для регенерации растений, так и для изучения вторичного метаболизма. Соотношение ауксинов и цитокининов является одним из основных факторов, определяющих направление развития экспланта. У *Astragalus chrysochlorus* образование каллуса из гипокотильных эксплантов происходило на MS с 0,5 мг/л 2,4-D. Последующая регенерация путем непрямого органогенеза осуществлялась на MS с 0,5 мг/л зеатинрибозида (Hasançebi et al., 2011). Для *A. thracicus* и *A. aitosensis* молодые проростки также показали пригодность в качестве источника эксплантов для получения каллуса. Оптимизация гормонального состава позволила получить эмбриогенный каллус и обеспечить развитие побегов (Vasilev et al., 2026). Следовательно, каллусные культуры могут использоваться не только для размножения, но и как клеточные системы для биохимических исследований.

Размножение побегов является центральным этапом микроклонального размножения, поскольку многократное субкультивирование позволяет быстро увеличивать количество регенерантов. Исследования показывают выраженную видоспецифичность реакции. У *A. chrysochlorus* транс-зеатинрибозид обеспечивал высокую интенсивность размножения (Hasançebi et al., 2011). Для *A. nitidiflorus* эффективным стимулятором пролиферации побегов оказался BA; применение двухслойной системы способствовало удлинению побегов и улучшению последующего укоренения (Cano-Castillo et al., 2009).

Укоренение обычно проводится после этапа размножения побегов. В зависимости от вида оно может происходить на среде без гормонов либо при добавлении низких концентраций ауксинов. Перевод растений из условий *in vitro* в почвенные или тепличные условия является критическим этапом микроклонального размножения. Растения, выращенные *in vitro*, находятся при высокой влажности и контролируемом питании и поэтому требуют постепенной адаптации к внешним условиям. Исследования редких видов *Astragalus* показывают, что успешное укоренение не всегда означает высокую выживаемость после переноса в почву. Поэтому необходима поэтапная акклиматизация. Исследования *A. nitidiflorus* были непосредственно ориентированы на разработку методов размножения для сохранения эндемичного и исчезающего вида (Cano-Castillo et al., 2009).

Центральная Азия является перспективным регионом для развития биотехнологии *Astragalus*, поскольку здесь сосредоточено большое количество эндемичных видов. Для Узбекистана ранее было указано около 268 видов *Astragalus* в пределах современных

государственных границ (Tojibaev et al., 2014). Значительная часть из них имеет ограниченные ареалы. В частности, таксономический статус *A. zerabulaki* был недавно исследован с использованием данных хлоропластного генома (Karimov et al., 2026).

Заключение

Центральная Азия является перспективным регионом для развития биотехнологии Astragalus, поскольку здесь сосредоточено большое количество эндемичных видов. Особого внимания требуют *Astragalus centralis*, *A. austroferganicus*, *A. zerabulaki* и другие узкоареальные таксоны. Современные исследования продолжают уточнять их таксономический статус и природоохранное положение. При этом многие центральноазиатские виды остаются практически неизученными с точки зрения культуры тканей. В сравнении с хорошо изученным лекарственным видом *A. membranaceus* количество опубликованных протоколов для узбекских эндемиков значительно меньше. Это формирует важное перспективное направление исследований.

Список литературы

1. Cano-Castillo, M., Serrano-Martínez, F. & Casas, J.L. In vitro propagation of Astragalus nitidiflorus (Leguminosae), an endemic and endangered species from south-east of Spain. Acta Horticulturae, 812, P. 571–576. – 2009. – DOI: 10.17660/ActaHortic.2009.812.79.
2. Han, M.S., No, S.A., Kwak, M.C. & Moon, H.K. Micropropagation of a rare plant species, Astragalus membranaceus Bunge var. alpinus N // Journal of Plant Biotechnology. – 2014. – T. 41, № 2. – P. 100–106.
3. Hasançebi, S., Kara, N.T. Çakır, Ö., & Arı, Ş. Micropropagation and root culture of Turkish endemic Astragalus chrysochlorus (Leguminosae). Turkish Journal of Botany. – 2011. – T. 35, № 2. – P. 203–210. – DOI: 10.3906/bot-1007-48.
4. Karimov, B., Yusupov, Z., Ruzimatov, E., Karimov, F. & Tojibaev, K. Chloroplast genome evidence in assessing the taxonomic status of Astragalus zerabulaki Popov (Fabaceae), an endemic of Uzbekistan. Phytotaxa. – 2026. – T. 744, № 3. – P. 249–260. – DOI: 10.11646/phytotaxa.744.3.5.
5. Khabibullaev B. et al. The Uzbek endemic Astragalus centralis E. Sheld. is Critically Endangered and at serious risk of extinction without urgent conservation action // Oryx. – 2026. – P. 1–4.
6. Khoshimova, N.G., Khoshimov, Kh. R. & Batoshov, A.R. On the species Astragalus austroferganicus Kamelin & V.M.Vinogr. listed in the Red Book of the Republic of Uzbekistan. Research Focus International Scientific Journal. – 2025. – T. 4, № 6. – P. 28–31. – DOI: 10.66073/researchfocus.v4i6.1668.
7. Mosyakin, S.L. et al. An annotated checklist of endemic vascular plants of the Tian-Shan Mountains in Central Asian countries. Phytotaxa. – 2020. – T. 464, № 2. – P. 101–140. – DOI: 10.11646/phytotaxa.464.2.1.

8. Shkondrov, A. et al. Induction of flavonoid biosynthesis by in vitro cultivation of Astragalus glycyphyllos L. Pharmacia. – 2020. – T. 67, № 2. – P. 95–99. – DOI: 10.3897/pharmacia. 67.e50390.
9. Shkondrov, A. et al. Flavonoids in in vitro cultures of Astragalus hamosus. Pharmacia. – 2021. – T. 68, № 4. – P. 927–931. – DOI: 10.3897/pharmacia.68.e76460.
10. Shkondrov, A. et al. Biotechnological approaches for sustainable production of astragaloside I, II and IV from endemic species of Astracantha aitosensis and Astragalus membranaceus by in vitro cultures. Pharmacia. – 2023. – T. 70, № 4. – P. 1449–1453. – DOI: 10.3897/pharmacia. 70.e114989.
11. Tojibaev K.S. et al. Distribution patterns of species of the genus Astralalus L.(sect. Macrocystis, Laguropsis and Chaetodon) in the territory of Mountain Middle Asian province // Turczaninowia. – 2015. – T. 18. – P. 17–38.
12. Vasilev H. et al. Development of in vitro cultures from Astragalus thracicus Griseb and Astragalus aitosensis (Ivanisch.) and evaluation of their bioproduction potential // Plant Cell, Tissue and Organ Culture (PCTOC). – 2026. – T. 164.

БИОХИМИЯ И МОЛЕКУЛЯРНАЯ БИОЛОГИЯ

Статья поступила в редакцию: 18.08.2026
Статья принята к публикации: 12.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 664.8:602.1

Подготовка вторичного растительного сырья для биоконверсионных исследований жома яблока, жома томата, кожуры арбуза и вторичных продуктов переработки пшеницы

Матчанова Дурдона Шапуровна
канд. биол. наук, PhD, ст. преп
Ташкентский химико-технологический институт
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Маматов Шерзод Машрабжонович
д-р техн. наук, проф.
зам. директора ЦРОП, Университет Вебстер в Ташкенте
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Нурмухамедова Вазира Захриддиновна
ст. преп., доц.
Ташкентский химико-технологический институт
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Исакова Шахноза Холтура кизи
PhD, канд. техн. наук, ст. преп
Ташкентский химико-технологический институт
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Preparation of secondary plant raw materials for bioconversion studies of apple pomace, tomato pomace, watermelon rind and wheat secondary products

Matchanova Durdona
PhD, Senior Lecturer
Tashkent Institute of Chemical Technology
Uzbekistan, Tashkent
Mamatov Sherzod Mashrabjonovich
doctor of Technical Sciences, Professor
Deputy Director at the CIEP Webster University in Tashkent
Uzbekistan, Tashkent
Nurmuxamedova Vazira
senior Lecturer
Tashkent Institute of Chemical Technology
Uzbekistan, Tashkent

Библиографическое описание: Подготовка вторичного растительного сырья для биоконверсионных исследований жома яблока, жома томата, кожуры арбуза и вторичных продуктов переработки пшеницы // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Матчанова Д.Ш. [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23449

Isaqova Shahnoza
PhD, Senior Lecturer
Tashkent Institute of Chemical Technology
Uzbekistan, Tashkent

Аннотация

В статье представлены научно-методические подходы и экспериментальные результаты подготовки вторичного растительного сырья, образующегося при переработке яблок, томатов, арбузов и пшеницы —сельскохозяйственных культур, широко распространённых в Узбекистане, для последующей биоконверсии. Объектами исследования служили жом яблока сорта Голден Делишес, жом томата сортов Рио Гранде и Узбекистан-178, кожура арбуза сорта Кримсон Свит и отруби пшеницы сорта Дустлик. Рассмотрена последовательность технологических операций, включающая сбор сырья, стабилизацию методом конвективной сушки, измельчение на лабораторной мельнице и стандартизацию по гранулометрическому составу (фракция 0,5–1,0 мм) с использованием набора лабораторных сит. Контроль массы и влажности осуществлялся на аналитических весах с погрешностью не более 0,0001 г. Все измерения выполнялись в трёх повторностях (n = 3), результаты обработаны статистически с расчётом среднего значения и стандартного отклонения, что подтвердило воспроизводимость полученных данных. Экспериментально исследован процесс лабораторной сушки четырёх видов сырья при исходной массе навески 1000 г. Установлено, что продолжительность сушки и связанные с ней энергозатраты в значительной степени определяются исходной влажностью материала. Минимальные показатели зарегистрированы для пшеничных отрубей с исходной влажностью 15,0 %: продолжительность сушки составила 2,0 ± 0,1 ч при энергозатратах 2,0 кВт·ч. Максимальные значения отмечены для кожуры арбуза с влажностью 92,0 % — 8,0 ± 0,3 ч и 8,0 кВт·ч соответственно. Полученные результаты подтверждают, что стандартизированная предварительная подготовка сырья с применением аттестованного лабораторного оборудования и статистической обработки данных является важным условием воспроизводимости последующих процессов ферментативного гидролиза, микробиологической ферментации и оценки эффективности биоконверсии.

Abstract

The article presents scientific and methodological approaches and experimental results on preparing secondary plant raw materials generated during the processing of apples, tomatoes, watermelons, and wheat, crops widely cultivated in Uzbekistan, for subsequent bioconversion. The study objects were apple pomace (Golden Delicious), tomato pomace (Rio Grande and Uzbekistan-178), watermelon rind (Crimson Sweet), and wheat bran (Dustlik). The preparation procedure included raw material collection, stabilization by convective drying, grinding on a laboratory mill, and standardization by particle size (0.5–1.0 mm fraction) using a set of laboratory sieves. Mass and moisture were monitored on an analytical balance with an accuracy of 0.0001 g. All measurements were performed in triplicate (n = 3), and results were processed statistically by calculating the mean and standard deviation, confirming the reproducibility of the data. The laboratory drying of four raw-material types was evaluated at an initial sample mass of 1,000 g. Drying duration and energy consumption were shown to depend largely on the initial moisture content. The lowest values were recorded for wheat bran (15.0 % initial moisture): 2.0 ± 0.1 h and

2.0 kWh. The highest were observed for watermelon rind (92.0 % moisture): 8.0 ± 0.3 h and 8.0 kWh. The findings confirm that standardized pretreatment, using certified laboratory equipment and statistical data processing, is essential for the reproducibility of subsequent enzymatic hydrolysis, microbial fermentation, and bioconversion efficiency assessment.

Ключевые слова: вторичное растительное сырьё, жом, биоконверсия, пробоподготовка, сушка, влажность, энергопотребление, яблоко, томат, арбуз, пшеница.

Keywords: secondary plant raw materials, pomace, bioconversion, sample preparation, drying, moisture content, energy consumption, apple, tomato, watermelon, wheat.

Введение

Вторичные продукты переработки яблока, томата, арбуза и пшеницы — четырёх ведущих по объёмам производства культур Узбекистана — представляют интерес как субстраты для биоконверсии и источники ценных компонентов (пектина, целлюлозы, полифенолов, ликопина, гемицеллюлозы) [6; 1]. Эти объекты различаются по морфологии и способу образования: жом яблока и томата формируется при отжиме сока/пасты, кожура арбуза остаётся после употребления мякоти, а отруби пшеницы — при помоле зерна [2]. Такая неоднородность, в том числе по исходной влажности сырья, делает подготовительный этап методически самостоятельной и определяющей стадией исследования.

Целью работы является научно-методическое описание и обобщение реальных экспериментальных результатов подготовки вторичного растительного сырья четырёх объектов — сбора, стабилизации сушкой и стандартизации, обеспечивающих сопоставимость субстратов на последующих этапах ферментативного гидролиза и микробиологической ферментации.

Материалы и методы

Объектами исследования служили жом яблока (Голден Делишес), жом томата (Рио Гранде, Узбекистан-178), кожура арбуза (Кримсон Свит) и отруби пшеницы (Дустлик), отобранные на предприятиях переработки плодоовощной и зерновой продукции Узбекистана.

Подготовка сырья проводилась по единому протоколу. Жом яблока и томата, а также кожура арбуза отбирались сразу после отжима сока/пасты; отруби пшеницы — после помола зерна. Лабораторная сушка всех образцов проводилась конвективно при рабочей температуре 70–80 °C для навески 1000 г каждого объекта, с контролем изменения массы и расчётом текущей влажности до выхода на постоянную массу [4; 5]; далее образцы измельчались и просеивались до фракции 0,5–1,0 мм — единого стандарта с целью последующей биоконверсии. Отдельное решение принималось в отношении семян: в жоме яблока семена (амигдалин) отделялись при получении пектина и сохранялись в процессе общей биоконверсии (доля ≤ 2–4 % массы жома); семена томата, богатые белком и жиром, сохранялись всегда; семена арбуза включались или отделялись факультативно [3; 7].

Для выполнения операций пробоподготовки использовалось следующее лабораторное оборудование, типовое для аналитических лабораторий пищевого профиля Узбекистана: сушка образцов проводилась в лабораторном сушильном шкафу SNOL 58/350 LFN («Umega», Литва) с диапазоном рабочих температур до 350 °C и точностью поддержания температуры ±1 °C; контроль исходной и текущей массы навесок осуществлялся на аналитических весах Sartorius CPA224S (наибольший предел взвешивания 220 г, дискретность 0,0001 г, погрешность ±0,0002 г); измельчение высушенных образцов до однородной массы выполнялось на лабораторной мельнице IKA A11 basic (Германия); разделение измельчённого материала по фракциям проводилось с использованием набора лабораторных сит с размером ячеек 1,0 и 0,5 мм (ГОСТ 6613 – 86) на вибрационном просеивателе Retsch AS 200 basic (Германия).

Все экспериментальные измерения (влажность сырья, изменение массы при сушке, продолжительность сушки, гранулометрический состав) выполнялись в трёх независимых повторностях (n = 3) для каждого вида сырья. Полученные данные обработаны методами описательной статистики с расчётом среднего арифметического значения (M) и стандартного отклонения (SD); результаты в таблице 1 и в тексте представлены в виде M ± SD. Коэффициент вариации по всем показателям не превышал 5 %, что подтверждает воспроизводимость результатов пробоподготовки.

Результаты работы

В рамках выполненного этапа проведён отбор, экспериментальная сушка и стандартизация всех четырёх видов вторичного растительного сырья. Начальная влажность образцов (M ± SD, n = 3) составила: жом яблока — 85,0 ± 0,4 %, жом томата — 94,0 ± 0,3 %, кожура арбуза — 92,0 ± 0,5 %, отруби пшеницы — 15,0 ± 0,3 %, что согласуется с диапазонами, приводимыми в литературе для аналогичных видов вторичного сырья [8].

Таблица 1.

Таблица параметров сушки (1000 г / 1 кг; M ± SD, n = 3)

Объект (навеска 1000 г)	Влажность до сушки, %	Влажность после сушки, %	Сухое вещ. (г)	Выход продукта (г)	Время сушки, ч
Жом яблока	85,0 ± 0,4	11,0 ± 0,3	150,0 ± 3,2	168,5 ± 3,6	5,0 ± 0,2
Жом томата	94,0 ± 0,3	11,0 ± 0,2	60,0 ± 2,1	67,4 ± 2,3	7,0 ± 0,3
Кожура арбуза	92,0 ± 0,5	11,0 ± 0,3	80,0 ± 2,8	89,9 ± 3,0	8,0 ± 0,3
Отруби пшеницы	15,0 ± 0,3	10,0 ± 0,2	850,0 ± 9,5	944,4 ± 10,2	2,0 ± 0,1

Сушка проводилась до конечной влажности 11,0 % для жома и кожуры и 10,0 % для отрубей — уровня, обеспечивающего микробиологическую стабильность при хранении. Продолжительность сушки и энергозатраты (при мощности сушильной установки 1,0 кВт) существенно различались между объектами (M ± SD, n = 3): жом яблока высох за 5,0 ± 0,2 ч (5,0 кВт·ч), жом томата — за 7,0 ± 0,3 ч (7,0 кВт·ч), кожура арбуза — за 8,0 ± 0,3 ч (8,0 кВт·ч), тогда как отруби пшеницы, обладающие изначально низкой влажностью, потребовали

лишь 2,0 ± 0,1 ч (2,0 кВт·ч). Низкие значения стандартного отклонения (не более 5 % от среднего) подтверждают воспроизводимость экспериментальной сушки. Результаты представлены в таблице 1.

Ниже представлена визуализация динамики падения влажности и убыли массы сырья по каждому часу:

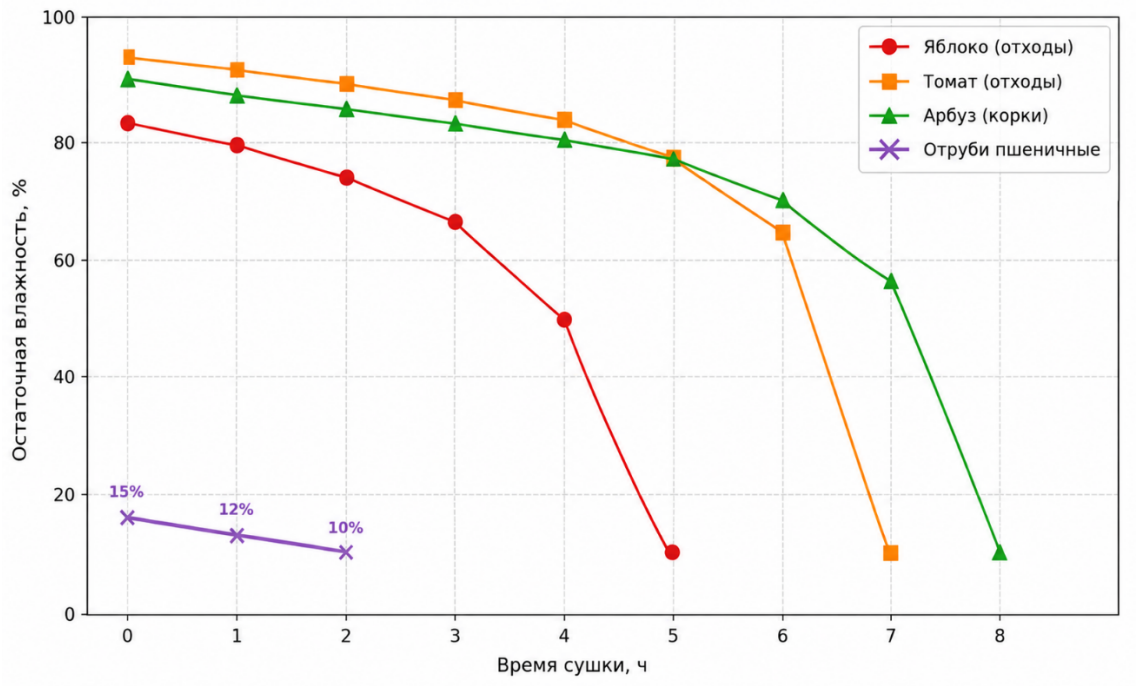


Рисунок 1. Динамика падения влажности по часам при 70–80 °C

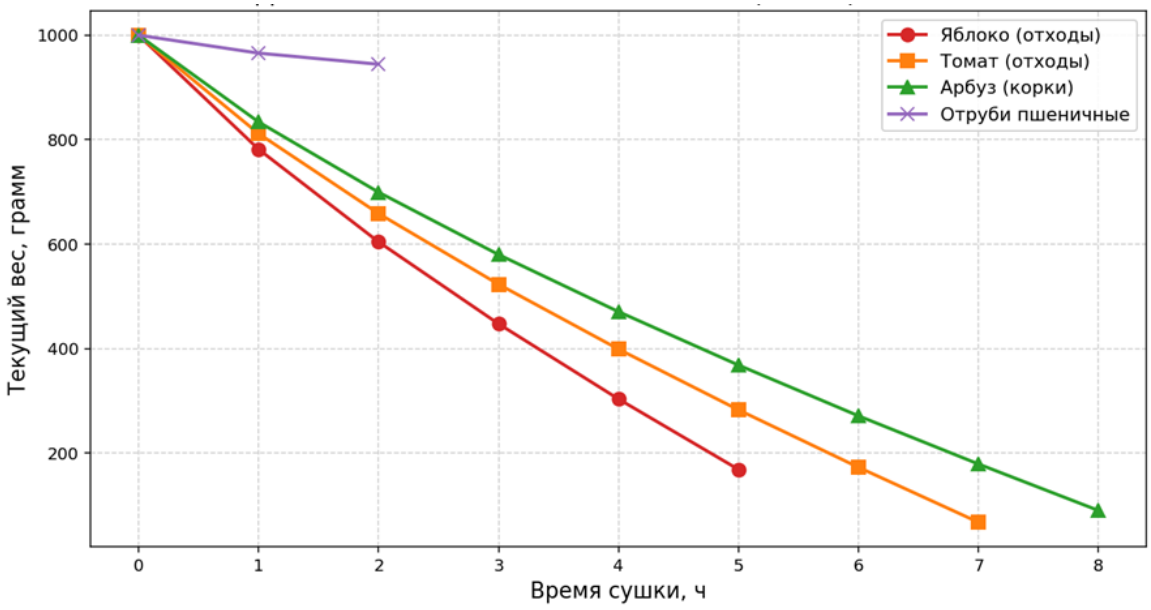


Рисунок 2. Динамика изменения массы навески (1000 г) по часам

Ситовой контроль подтвердил однородность полученных фракций (0,5–1,0 мм) для всех четырёх объектов, что создаёт единую основу для экспериментов по ферментативному гидролизу (целлюлаза, ксиланаза, пектиназа) и микробиологической ферментации (*Saccharomyces cerevisiae*, *Aspergillus niger*, *Trichoderma reesei*) на последующих этапах. Все образцы промаркированы по единой системе и заложены на контролируемое хранение.

Обсуждение

В результате приведения четырёх морфологически различных видов сырья к единому стандарту подготовки без потери специфики объекта, полученные экспериментальные данные подтвердили ожидаемую зависимость продолжительности сушки и энергозатрат от исходной влажности сырья. Получены следующие показатели: сочные объекты (жом, кожура), содержащие 85–94 % влаги, требовали в 2,5–4 раза больше времени и энергии, чем пшеничные отруби с исходной влажностью 15 %. Эта закономерность согласуется с результатами, взятыми для жома яблока [11], томатного жома [9; 10] и арбузной кожуры [4; 8] из независимых исследований. Практический вывод из полученных данных — целесообразность предварительного механического отжима сочных отходов (жом, кожура) перед сушкой: снижение исходной влажности хотя бы на 10–15 процентных пунктов способно заметно сократить время сушки и энергозатраты для наиболее ресурсоёмких объектов. Единый гранулометрический стандарт (0,5–1,0 мм) при этом устраняет погрешность удельной поверхности частиц и делает результаты по разным субстратам сопоставимыми в схеме «4 субстрата × 2 метода конверсии».

Заключение

Выполненный этап обеспечил единую воспроизводимую методическую основу для дальнейшего исследования биоконверсии вторичных продуктов переработки яблока, томата, арбуза и пшеницы. Экспериментально подтверждено, что при исходной влажности 85–94 % сушка жома и кожуры до 11,0 % занимает 5–8 ч и 5,0–8,0 кВт·ч, тогда как отруби пшеницы (15,0 % влаги) высыхают до 10,0 % за 2 ч и 2,0 кВт·ч; суммарные затраты на подготовку всех четырёх объектов составили 22,0 кВт·ч. Сформированный банк стандартизованных образцов пригоден для сопоставимой постановки экспериментов по ферментативному гидролизу и микробиологической ферментации, а выявленная зависимость времени и энергозатрат от исходной влажности сырья создаёт основу для дальнейшей технологической оптимизации процесса подготовки субстратов.

Список литературы

1. Антонич Б., Янчикова С., Джорджевич Д., Тремлова Б. Antonic B, Jancikova S, Dordevic D, Tremlova B. Apple pomace as food fortification ingredient: A systematic review and meta-analysis // Journal of Food Science. – 2020. – Т. 85, № 10. – P. 2977–2985. – DOI: 10.1111/1750–3841.15449.
2. Статистика сельскохозяйственного производства [Электронный ресурс]. URL: https://stat.uz (дата обращения: 18.08.2026).
3. Al-Sayed H.M.A., Ahmed A.R. Al-Sayed H.M.A., Ahmed A.R. Utilization of watermelon rinds and sharlyn melon peels as a natural source of dietary fiber and antioxidants in cake // Annals of Agricultural Science. – 2013. – Т. 58, № 1. – P. 83–95.
4. Ashoka S. et al. Physico-chemical Properties and Nutritional Composition of Watermelon (Citrullus lanatus) and its Rind Flour // Biological Forum. – 2022. – Т. 14. – P. 505–510.

5. Bhat M.A., Ahsan H. Quality Characteristics of Freeze and Cabinet Dried Tomato Pomace // International Journal of Pure & Applied Bioscience. – 2018. – T. 6. – P. 891–897.
6. FAO. FAOSTAT: Production – Crops and livestock products [Электронный ресурс]. // Food and Agriculture Organization of the United Nations. – 2026. URL: https://www.fao.org/faostat/en/#data/QCL (дата обращения: 05.10.2026).
7. Mirabella, N., Castellani, V. & Sala, S. Current Options for the Valorization of Food Manufacturing Waste: A Review // Journal of Cleaner Production. – 2014. – T. 65.
8. Poudel A., Zhang M., Jia L., Arvelli S., Lee J., Arabi N., Babaei S., Peng H., Zhao J. Bioconversion of Wheat Bran into High-Value Products: A Review of Pretreatment Methods and Microbial Applications // ACS Food Science & Technology. – 2026. – T. 6.
9. Sagar N.A., Pareek S., Sharma S., Yahia E.M., Lobo M.G. Fruit and Vegetable Waste: Bioactive Compounds, Their Extraction, and Possible Utilization. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety. – 2018. – Vol. 17. – P. 512–531.
10. Sharma A., Singh G.R., Singh B.R., Chauhan N., Kumar V., Yadav M.K. Study the drying characteristics of apple pomace // International Journal of Chemical Studies. – 2017. – T. 5, № 3.
11. Singh P.P., Bawa A.S. Utilization of tomato pomace in food processing // Journal of Food Science and Technology. – 1998.

References

1. Antonic B, Jancikova S, Dordevic D, Tremlova B. [Apple pomace as food fortification ingredient: A systematic review and meta-analysis] // Journal of Food Science. – 2020. – Vol. 85, No. 10. – P. 2977–2985. – DOI: 10.1111/1750–3841.15449. (In Russ.)
2. [Agricultural Production Statistics] (data obrashcheniya: 18.08.2026) – URL: https://stat.uz. (In Russ.)
3. Al-Sayed H.M.A., Ahmed A.R. Al-Sayed H.M.A., Ahmed A.R. Utilization of watermelon rinds and sharlyn melon peels as a natural source of dietary fiber and antioxidants in cake // Annals of Agricultural Science. – 2013. – Vol. 58, No. 1. – P. 83–95.
4. Ashoka S. et al. Physico-chemical Properties and Nutritional Composition of Watermelon (Citrullus lanatus) and its Rind Flour // Biological Forum. – 2022. – Vol. 14. – P. 505–510.
5. Bhat M.A., Ahsan H. Quality Characteristics of Freeze and Cabinet Dried Tomato Pomace // International Journal of Pure & Applied Bioscience. – 2018. – Vol. 6. – P. 891–897.
6. FAO. FAOSTAT: Production – Crops and livestock products // Food and Agriculture Organization of the United Nations. – 2026. – URL: https://www.fao.org/faostat/en/#data/QCL. (accessed 07.10.2026)
7. Mirabella, N., Castellani, V. & Sala, S. Current Options for the Valorization of Food Manufacturing Waste: A Review // Journal of Cleaner Production. – 2014. – Vol. 65.
8. Poudel A., Zhang M., Jia L., Arvelli S., Lee J., Arabi N., Babaei S., Peng H., Zhao J. Bioconversion of Wheat Bran into High-Value Products: A Review of Pretreatment Methods and Microbial Applications // ACS Food Science & Technology. – 2026. – Vol. 6.

9. Sagar N.A., Pareek S., Sharma S., Yahia E.M., Lobo M.G. Fruit and Vegetable Waste: Bioactive Compounds, Their Extraction, and Possible Utilization. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety. – 2018. – Vol. 17. – P. 512–531.
10. Sharma A., Singh G.R., Singh B.R., Chauhan N., Kumar V., Yadav M.K. Study the drying characteristics of apple pomace // International Journal of Chemical Studies. – 2017. – Vol. 5, No. 3.
11. Singh P.P., Bawa A.S. Utilization of tomato pomace in food processing // Journal of Food Science and Technology. – 1998.

ФИЗИОЛОГИЯ ЧЕЛОВЕКА И ЖИВОТНЫХ

Статья поступила в редакцию: 24.08.2026
Статья принята к публикации: 23.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 576.8+636.7+636.8

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23452

Генетически-молекулярные основы видовых различий метаболизма у собак и кошек

Селиванова Ирина Радиевна
канд. ветеринар. наук, доц.
Московский Государственный Университет Технологий и Управления имени К.Г. Разумовского (ПКУ)
Российская Федерация, г. Москва
E-mail: selivanova-irina@mail.ru

Genetic and molecular basis of species-specific differences in metabolism in dogs and cats

Selivanova Irina Radievna
candidate of Veterinary Sciences, Associate Professor
Moscow State University of Technology and Management named after K.G.Razumovsky (MCU)
Russia, Moscow

Аннотация

В обзоре систематизированы современные данные о генетических и молекулярных механизмах, обусловливающих метаболическую дивергенцию между собаками (Canis familiaris) и кошками (Felis catus). Проанализированы результаты сравнительной геномики, выявившие ключевые различия в структуре и экспрессии генов углеводного (AMY2B, MGAM), липидного (FADS2) и белкового обмена, а также систем детоксикации (UGT1A6). Показано, что у собак в ходе доместикации произошла дупликация генов амилазы, обеспечившая адаптацию к крахмалистой диете, тогда как у кошек подобные перестройки отсутствуют. Особое внимание уделено транскрипционному фактору ChREBP, который у собак активирует глюкокиназу, а у кошек остаётся неактивным из-за дефицита ксилулозо-5-фосфата, что обусловливает постпрандиальную гипергликемию и риск диабета 2-го типа. Рассмотрены генетические ограничения липидного обмена (низкая активность дельта-6-десатуразы), делающие кошек зависимыми от животного происхождения жирных кислот, а также инактивация гена UGT1A6, объясняющая высокую токсикочувствительность кошек к

Библиографическое описание: Селиванова И.Р. Генетически-молекулярные основы видовых различий метаболизма у собак и кошек // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23452

лекарственным препаратам. Обсуждается роль эпигенетических модификаций, модулирующих экспрессию генов в пределах видовых ограничений. Полученные данные формируют молекулярно-генетическое обоснование для разработки прецизионных рационов и профилактики алиментарно-зависимых патологий — сахарного диабета, ожирения, липидоза печени и потери мышечной массы у кошек.

Abstract

The review systematizes current data on the genetic and molecular mechanisms underlying metabolic divergence between dogs (Canis familiaris) and cats (Felis catus). The results of comparative genomics are analyzed, revealing key differences in the structure and expression of genes involved in carbohydrate (AMY2B, MGAM), lipid (FADS2), and protein metabolism, as well as in detoxification systems (UGT1A6). It has been shown that during domestication, dogs experienced gene duplication of amylase, which enabled adaptation to a starchy diet, whereas cats do not exhibit such rearrangements. Special attention is paid to the transcription factor ChREBP, which in dogs activates glucokinase, while in cats it remains inactive due to a deficiency of xylulose-5-phosphate, which leads to postprandial hyperglycemia and an increased risk of type 2 diabetes. The genetic limitations of lipid metabolism (low activity of delta-desaturase) that make cats dependent on fatty acids of animal origin, as well as inactivation, are considered.

Ключевые слова: собаки, кошки, ветеринарная диетология, сравнительная геномика, метаболизм плотоядных, AMY2B, FADS2, UGT1A6, ChREBP, облигатное хищничество, доместикация.

Keywords: dogs, cats, veterinary nutrition, comparative genomics, carnivore metabolism, AMY2B, FADS2, UGT1A6, ChREBP, obligate predation, domestication.

Введение

Эволюционное расхождение предков собак и кошек произошло около 60 млн лет назад, что привело к формированию принципиально различных стратегий питания и метаболизма [22,1]. В процессе доместикации собаки, в отличие от кошек, подверглись сильному эволюционному давлению, связанному с переходом на питание отходами человеческой пищи, богатой крахмалом [3]. Сравнительная геномика последних лет позволила идентифицировать конкретные генетические и молекулярные аспекты, которые легли в основу метаболической специфики этих видов, сместив фокус исследований с чисто физиологических наблюдений на уровень ДНК и молекулярной биологии [3,12]. Сравнительная физиология питания плотоядных демонстрирует выраженные метаболические различия между домашними собаками (Canis familiaris) и кошками (Felis catus) [22,1,3]. Если собаки эволюционно адаптированы к более гибкому использованию углеводов и белков, то кошки сохранили черты облигатных хищников, что жёстко закреплено на молекулярно-регуляторном уровне [12]. В центре этих различий лежат активность специфических транскрипционных факторов, чувствительность рецепторов к гормонам-антагонистам инсулина (прежде всего глюкагону) и связанные с ними метаболические пути, что требует детального молекулярно-генетического анализа. Цель настоящего обзора — систематизация современных молекулярно-генетических данных, объясняющих межвидовые метаболические различия

между собаками и кошками, с акцентом на генетически-молекулярные механизмы, а также оценка клинико-физиологических последствий этих различий для разработки научно обоснованных рационов для собак и кошек.

Материалы и методы

Работа выполнена как аналитический обзор публикаций в рецензируемых научных журналах, индексируемых в базах данных PubMed, Scopus и Web of Science, за период с 1975 по 2021 гг. Глубина ретроспективы обусловлена необходимостью включения фундаментальных классических работ (Rogers и Morris, 1979; Hayes, 1975; Zoran, 2002), а также современных геномных исследований (Axelsson et al., 2013; Court & Greenblatt, 2000; Verbrugghe и Hesta, 2017). Отобраны и проанализированы источники, содержащие экспериментальные данные по экспрессии генов, ферментативной активности, аллельным вариантам и эпигенетической регуляции у собак и кошек. Дополнительно использованы официальные нормативные материалы National Research Council (NRC, 2006).

Результаты исследования

Наиболее ярким примером генетической адаптации собак является эволюция генов, отвечающих за расщепление крахмала. Фундаментальные исследования Axelsson et al. (2013) выявили, что в геноме собак произошла масштабная позитивная селекция и дупликация гена панкреатической амилазы (AMY2B) и гена мальтазы-глюкоамилазы (MGAM)[3]. Молекулярным следствием этого является экспрессия множественных копий ферментов в поджелудочной железе и тонком кишечнике, что обеспечивает собакам высокую способность к перевариванию крахмала, сопоставимую с всеядными млекопитающими.

У кошек (Felis catus) подобные генетические перестройки отсутствуют. Геномный анализ показывает, что кошки сохранили низкую базальную экспрессию AMY2B и MGAM [22,14]. На молекулярном уровне у кошек переработка глюкозы осуществляется преимущественно через гексокиназу, тогда как глюкокиназа печени (GCK) практически неактивна: этот фермент слабо связывает глюкозу и не способен усиливать свою работу при её избытке, в отличие от собак, у которых данный механизм работает полноценно [9]. Это генетически закреплённое ограничение делает кошек неспособными эффективно утилизировать экзогенные углеводы в липогенезе.

Одним из ключевых регуляторов индуцируемой углеводами транскрипции является белок ChREBP [17,16]. У собак сигналом для включения гена глюкокиназы служит ксилулозо-5-фосфат — молекула, которая образуется в пентозном цикле. Она переносит регуляторный белок ChREBP в ядро клетки, где тот запускает производство глюкокиназы. У кошек этот механизм не работает: из-за низкой активности ферментов ксилулозо-5-фосфата образуется крайне мало, поэтому ChREBP не может войти в ядро и активировать ген. В итоге у кошек глюкоза не перерабатывается [3,12]. В итоге ChREBP остаётся в цитоплазме в неактивном виде. Это лишает кошек возможности перестраивать работу генов при поступлении углеводов и превращать глюкозу в жировые запасы, как это делают собаки. В результате глюкоза не перерабатывается должным образом. [21,17,19].

Геномные исследования выявили у кошек специфические мутации и низкую экспрессию генов, кодирующих ферменты цикла мочевины и трансаминирования. Даже если в рационе мало белка, их организм продолжает расщеплять аминокислоты с той же интенсивностью — он не умеет «экономить» белок. Гены, отвечающие за ферменты, которые разрушают аминокислоты и выводят азот (орнитинаминотрансфераза и другие), у кошек работают на полную мощность постоянно. Их активность не снижается даже при нехватке белка, потому что генетически они запрограммированы на непрерывный катаболизм. В частности, активность орнитинаминотрансферазы (OAT) и пирролин-5-карбоксилатдегидрогеназы в печени кошек конституционально высока [12]. Помимо внутриклеточных сигнальных путей, важную роль играет рецепторный аппарат гепатоцитов. У кошек выявлена повышенная плотность и постоянная активность рецепторов к глюкагону (GCGR), а также высокая базальная экспрессия ферментов глюконеогенеза (фосфоенолпируваткарбоксикиназы и фруктозо-1,6-бисфосфатазы) [18,19]. Это смещает баланс в сторону непрерывного синтеза глюкозы даже при незначительном стрессе или кратковременном голодании. Поскольку ферменты, расщепляющие глюкозу, у кошек почти не активируются, создаётся ситуация, когда даже после углеводной еды организм продолжает вырабатывать глюкозу из собственных белков. Этот феномен называют «метаболической инерцией кошек». Именно поэтому увеличение углеводов в корме не снижает распад мышечного белка — в отличие от собак, у которых углеводы помогают экономить белок и улучшают азотистый баланс. [22,18].

Особого внимания заслуживает генетика тауринового обмена. Собаки способны синтезировать таурин из серосодержащих аминокислот (метионина и цистеина) благодаря высокой активности цистеинсульфиновой кислоты декарбоксилазы (CSD). У кошек ген, кодирующий CSD, экспрессируется крайне слабо, а сам фермент обладает низкой каталитической активностью. В результате кошки генетически зависят от экзогенного поступления таурина с кормом. Проблема усугубляется особенностями метаболизма желчных кислот: у кошек конъюгация желчных кислот идёт почти исключительно с таурином (в отличие от других млекопитающих, которые могут использовать глицин), и даже при дефиците таурина полноценной замены на глицин не происходит, что создаёт дополнительный канал потерь этого нутриента [10,11]. В результате хронический дефицит таурина, возникающий при недостаточном поступлении его с кормом, приводит к тяжёлым системным нарушениям — дилатационной кардиомиопатии (расширение камер сердца и снижение насосной функции) и центральной дегенерации сетчатки с риском необратимой слепоты, что делает обязательное добавление таурина в рацион кошек критически важным для их здоровья [8,11].

Различия в обмене жиров у собак и кошек связаны с работой ферментов, которые превращают одни жирные кислоты в другие. Эти ферменты называются десатуразами — они вставляют двойные связи в молекулы жиров, делая их более ненасыщенными. У кошек один из ключевых ферментов этого семейства — дельта-6-десатураза — работает плохо, что ограничивает их способность синтезировать нужные жирные кислоты из растительных масел. У кошек в печени слабо работает фермент дельта-6-десатураза (его код — ген FADS2). Из-за этого кошки не могут самостоятельно синтезировать арахидоновую кислоту из растительных масел (линолевой кислоты), а также плохо превращают альфа-линоленовую

кислоту в важнейшие омега-3 жирные кислоты — ЭПК и ДГК. Поэтому кошкам жизненно необходимы готовые длинноцепочечные жирные кислоты животного происхождения, из мяса и рыбы [4,5,6].

Одно из важнейших генетических отличий кошек от собак — это система обезвреживания чужеродных веществ (ксенобиотиков). У кошек ген UGT1A6, который кодирует фермент УДФ-глюкуронозилтрансферазу, повреждён — содержит делецию, превращающую его в нефункциональный псевдоген. Это означает, что ферменты глюкуронидации у кошек практически не работают. В результате они не могут эффективно выводить фенолы, салицилаты (например, аспирин), парацетамол и многие эфирные масла. Именно поэтому кошки крайне чувствительны к токсинам и лекарствам, которые безопасны для собак. У собак же система глюкуронидации работает полноценно, поэтому они легко перерабатывают и выводят эти вещества [7,29,15].

Кроме жёстких генетических различий, на обмен веществ влияют эпигенетические механизмы — своего рода «надстройки» над генами. Исследования метилирования ДНК показывают, что у собак и кошек по-разному «подписаны» участки генов, отвечающих за липогенез (синтез жиров) и гликолиз (переработку глюкозы). Эти эпигенетические метки формируются ещё в раннем возрасте — в утробе матери и в первые недели после рождения, — и зависят от питания. Они могут изменять активность генов, не меняя саму ДНК, и таким образом влиять на то, как организм будет усваивать пищу в дальнейшем. Например, у собак это может повышать риск ожирения, а у кошек — предрасположенность к инсулинорезистентности.

Заключение

Собаки и кошки имеют принципиально разные метаболические стратегии, закреплённые на генетическом и молекулярно-регуляторном уровне.

Углеводный обмен: у собак активен транскрипционный фактор ChREBP, запускающий синтез глюкокиназы при поступлении углеводов. У кошек этот механизм не работает из-за дефицита ксилулозо-5-фосфата, поэтому углеводы не утилизируются эффективно.

Гормональная регуляция: у кошек повышена плотность рецепторов к глюкагону (GCGR), что обусловливает доминирование глюконеогенеза даже при стрессе и углеводной нагрузке.

Белковый обмен: кошки не способны замедлять катаболизм аминокислот при низкобелковом рационе — ферменты распада белков работают постоянно, что ведёт к отрицательному азотистому балансу и потере мышечной массы.

Тауриновый обмен: у кошек генетически закреплена неспособность синтезировать таурин из-за низкой активности CSD, поэтому они полностью зависят от его поступления с пищей.

Липидный обмен: кошки не могут синтезировать арахидоновую кислоту и эффективно превращать омега-3 в ЭПК и ДГК из-за недостаточности дельта-6-десатуразы (FADS2) — им необходимы готовые жирные кислоты животного происхождения.

Детоксикация: у кошек повреждён ген UGT1A6, что делает их крайне чувствительными к парацетамолу, салицилатам, фенолам и эфирным маслам из-за отсутствия ферментов глюкуронидации.

Эпигенетика: на активность генов липогенеза и гликолиза влияют эпигенетические метки, формирующиеся в раннем возрасте под воздействием питания, что может модифицировать предрасположенность к ожирению у собак и инсулинорезистентности у кошек.

Практический вывод: рацион кошек должен быть строго ориентирован на их биологические особенности — с высоким содержанием животного белка (не менее 25 % СВ), достаточным уровнем таурина и длинноцепочечных жирных кислот, и минимальным количеством углеводов. Собаки обладают более гибким метаболизмом и могут адаптироваться к разнообразным рационам.

Научно-практическое значение: понимание молекулярно-генетических механизмов метаболических различий является основой для ветеринарной диетологии, профилактики алиментарно-зависимых заболеваний и увеличения продолжительности здоровой жизни плотоядных домашних животных.

Список литературы

1. Селиванова, И.Р. Биологические основы кормления кошек и собак / И.Р. Селиванова // Universum: химия и биология. – 2024. – № 2. – С. 9–13. – DOI: 10.32743/UniChem.2024.116.2.16694.
2. Селиванова, И.Р. Таурин в рационе кошек и его роль в метаболизме / И.Р. Селиванова, Е.О. Виницкий // Universum: химия и биология. – 2025. – № 11. – С. 22–25.
3. Axelsson, E., Ratnakumar, A., Arendt, M.L., Maqbool, K., Webster, M.T., Perloski, M., Liberg, O., Arnemo, J.M., Hedhammar, A. & Lindblad-Toh, K. (2013). The genomic signature of dog domestication reveals adaptation to a starch-rich diet. Nature, 495(7441), 360–364 [Электронный ресурс]. – DOI: 10.1038/nature11837. URL: https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/23354050/. (дата обращения 07.10.2026)
4. Bauer J. Bauer, John. Essential fatty acid metabolism in dogs and cats. Revista Brasileira de Zootecnia. 37. 20–27. T.T. 37. – 2008. – DOI: 10.1590/S1516-35982008001300004.
5. Bauer J. Fatty acid metabolism in domestic cats (Felis catus) and cheetahs (Acinonyx jubatas) // Proceedings of the Nutrition Society. – 1997. – DOI: 10.1079/PNS19970106.
6. Burron S, Richards T, Krebs G, Trevizan L, Rankovic A, Hartwig S, Pearson W, Ma DWL, Shoveller AK. The balance of n-6 and n-3 fatty acids in canine, feline, and equine nutrition: exploring sources and the significance of alpha-linolenic acid. J Anim Sci. 2024 Jan 3;102:skae143. PMID: 38776363; PMCID: PMC11161904 [Электронный ресурс]. – DOI: 10.1093/jas/skae143. URL: https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC11161904/. (дата обращения 07.10.2026)
7. Court, Michael & Greenblatt, David. Molecular genetic basis for deficient acetaminophen glucuronidation by cats: UGT1A6 is a pseudogene, and evidence for reduced diversity of expressed hepatic UGT1A isoforms. Pharmacogenetics. 10. 355–69. T.T. 10. – 2000. – DOI: 10.1097/00008571-200006000-00009.

8. García-Ayuso D., Di Pierdomenico J., Martínez-Vacas A., Vidal-Sanz M., Picaud S., Villegas-Pérez M.P. García-Ayuso, D., Di Pierdomenico, J., Martínez-Vacas, A., Vidal-Sanz, M., Picaud, S. & Villegas-Pérez, M.P. (2024). Taurine: a promising nutraceutic in the prevention of retinal degeneration. Neural regeneration research [Электронный ресурс] // Neural regeneration research. – 2024. – Т. 19, № 3. – P. 606–610. – DOI: 10.4103/1673–5374.380820.
9. Gunn-moore D. Feline endocrinopathies. Veterinary Clinics of North America: Small Animal Practice. 2005 Volume 35, Number 1, pages 171–210; doi:10.1016/J.CVSM.2004.09.002.
10. Hayes K.C., Carey R.E., Schmidt S.Y. Retinal degeneration associated with taurine deficiency in the cat // Science. – 1975. – Т. 188, № 4191. – P. 949–951.
11. Hickman M.A., Morris J.G., Rogers Q.R. Intestinal Taurine and the Enterohepatic Circulation of Taurocholic Acid in the Cat // Advances in Experimental Medicine and Biology. – 1992. – Т. 315. – P. 45–54. – DOI: 10.1007/978-1-4615-3436-5_6.
12. Morris J.G. Idiosyncratic nutrient requirements of cats appear to be diet-induced evolutionary adaptations // February. – 2002. – Т. 15. – P. 153–168. – DOI: 10.1079/NRR200238.
13. National Research Council. Nutrient Requirements of Dogs and Cats. – Washington, D. – C.: National Academies Press, 2006. – 424 P.
14. Saunders J. Saunders, Julie. Diabetes Mellitus: In Dogs and Cats. Veterinary Nursing Journal. 14. 227–230. Т. 14. – 2014. – DOI: 10.1080/17415349.1999.11013016.
15. Shrestha B, Reed JM, Starks PT. Shrestha B, Reed JM, Starks PT, et al. Evolution of a major drug metabolizing enzyme defect in the domestic cat and other felidae: phylogenetic timing and the role of hypercarnivory. PLoS One. 2011;6(3):e18046. Published 2011 Mar 28 // PLoS One. – 2011. – Т. 6, № 3. – DOI: 10.1371/journal.pone.0018046.
16. Tong, X., Zhao, F., Mancuso, A., Gruber, J.J. & Thompson, C.B. The glucose-responsive transcription factor ChREBP contributes to glucose-dependent anabolic synthesis and cell proliferation // Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America [Электронный ресурс]. – 2009. – Т. 106, № 51. – P. 21660–21665. – DOI: 10.1073/pnas.0911316106.
17. Uyeda K. Carbohydrate response element binding protein, ChREBP, a transcription factor coupling hepatic glucose utilization and lipid synthesis. Cell Metabolism. 2006 Volume 4, Issue 2, pages 107–110 doi:10.1016/J.CMET.2006.06.008.
18. Vandercammen A., Van Schaftingen E. Species and tissue distribution of the regulatory protein of glucokinase. Biochem. J. 1993;294:551–556. 1993, volume 294 – pages 551–556. doi: 10.1042/bj2940551.
19. Verbrugghe A, Hesta M. Cats and Carbohydrates: The Carnivore Fantasy? Vet Sci. 2017 Nov 15;4(4):55. doi: 10.3390/vetsci4040055. PMID: 29140289; PMCID: PMC5753635.
20. Vulcano, L.A., Confalonieri, O., Franci, R., Tapia, M.O. & Soraci, A.L. Efficacy of free glutathione and niosomal glutathione in the treatment of acetaminophen-induced hepatotoxicity in cats. Open veterinary journal. Т. 3. – 2013. Volume 3, Issue 1, pages 56–63.

21. Wernimont, Susan & Radosevich, Jennifer & Jackson, Matthew & Ephraim, Eden & Badri, Dayakar & Macleay, Jennifer & Jewell, Dennis & Suchodolski, Jan. (2020). The Effects of Nutrition on the Gastrointestinal Microbiome of Cats and Dogs: Impact on Health and Disease. Frontiers in Microbiology. 11. 10.3389/fmicb.2020 Volume 11, Article 1266.
22. Zoran D.L. The carnivore connection to nutrition in cats and dogs // Journal of the American Veterinary Medical Association 221(11):. – 2002. – T. 221, № 11. – P. 1559–1567. – DOI: 10.2460/javma.2002.221.1559. URL: https://www.researchgate.net/publication/10993840_The_carnivore_connection_to_nutrition_in_cats (дата обращения: 24.08.2026).

References

1. Selivanova I.R. [Biological Foundations of Nutrition in Cats and Dogs] // Universum: khimiya i biologiya. – 2024. – No. 2. – DOI: 10.32743/UniChem.2024.116.2.16694. (In Russ.)
2. Selivanova I.R., Vinitskij E.O. [Taurine in the Diet of Cats and Its Role in Metabolism] // Universum: khimiya i biologiya. – 2025. – No. 11. (In Russ.)
3. Axelsson, E., Ratnakumar, A., Arendt M.L., Maqbool, K., Webster M.T., Perloski, M., Liberg, O., Arnemo J.M., Hedhammar, A. & Lindblad-Toh, K. (2013). The genomic signature of dog domestication reveals adaptation to a starch-rich diet. Nature, 495(7441), 360–364 [electronic resource]. – DOI: 10.1038/nature11837. – URL: https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/23354050/. (accessed 07.10.2026)
4. Bauer J. Bauer, John. Essential fatty acid metabolism in dogs and cats. Revista Brasileira de Zootecnia. 37. 20–27. T.T. 37. – 2008. – DOI: 10.1590/S1516-35982008001300004.
5. Bauer J. Fatty acid metabolism in domestic cats (Felis catus) and cheetahs (Acinonyx jubatas) // Proceedings of the Nutrition Society. – 1997. – DOI: 10.1079/PNS19970106.
6. Burron S, Richards T, Krebs G, Trevizan L, Rankovic A, Hartwig S, Pearson W, Ma DWL, Shoveller AK. The balance of n-6 and n-3 fatty acids in canine, feline, and equine nutrition: exploring sources and the significance of alpha-linolenic acid. J Anim Sci. 2024 Jan 3;102:skae 143. PMID: 38776363; PMCID: PMC11161904 – DOI: 10.1093/jas/skae143. – URL: https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC11161904/. (accessed 07.10.2026)
7. Court, Michael & Greenblatt, David. Molecular genetic basis for deficient acetaminophen glucuronidation by cats: UGT1A6 is a pseudogene, and evidence for reduced diversity of expressed hepatic UGT1A isoforms. Pharmacogenetics. 10. 355–69. T.T. 10. – 2000. – DOI: 10.1097/00008571-200006000-00009.
8. García-Ayuso D., Di Pierdomenico J., Martínez-Vacas A., Vidal-Sanz M., Picaud S., Villegas-Pérez M.P. García-Ayuso, D., Di Pierdomenico, J., Martínez-Vacas, A., Vidal-Sanz, M., Picaud, S. & Villegas-Pérez, M.P. (2024). Taurine: a promising nutraceutic in the prevention of retinal degeneration. Neural regeneration research [electronic resource] // Neural regeneration research. – 2024. – Vol. 19, No. 3. – P. 606–610. – DOI: 10.4103/1673–5374.380820.
9. Gunn-moore D. Feline endocrinopathies. Veterinary Clinics of North America: Small Animal Practice. 2005 Volume 35, Number 1, pages 171–210; doi:10.1016/J.CVSM.2004.09.002.

10. Hayes K.C., Carey R.E., Schmidt S.Y. Retinal degeneration associated with taurine deficiency in the cat // Science. – 1975. – Vol. 188, No. 4191. – P. 949–951.
11. Hickman M.A., Morris J.G., Rogers Q.R. Intestinal Taurine and the Enterohepatic Circulation of Taurocholic Acid in the Cat // Advances in Experimental Medicine and Biology. – 1992. – Vol. 315. – P. 45–54. – DOI: 10.1007/978-1-4615-3436-5_6.
12. Morris J.G. Idiosyncratic nutrient requirements of cats appear to be diet-induced evolutionary adaptations // February. – 2002. – Vol. 15. – P. 153–168. – DOI: 10.1079/NRR200238.
13. National Research Council. Nutrient Requirements of Dogs and Cats. – Washington, D. – C.: National Academies Press, 2006. – 424 P.
14. Saunders J. Saunders, Julie. Diabetes Mellitus: In Dogs and Cats. Veterinary Nursing Journal. 14. 227–230. T. 14. – 2014. – DOI: 10.1080/17415349.1999.11013016.
15. Shrestha B, Reed JM, Starks PT. Shrestha B, Reed JM, Starks PT, et al. Evolution of a major drug metabolizing enzyme defect in the domestic cat and other felidae: phylogenetic timing and the role of hypercarnivory. PLoS One. 2011;6(3):e18046. Published 2011 Mar 28 // PLoS One. – 2011. – Vol. 6, No. 3. – DOI: 10.1371/journal.pone.0018046.
16. Tong, X., Zhao, F., Mancuso, A., Gruber J.J. & Thompson C.B. The glucose-responsive transcription factor ChREBP contributes to glucose-dependent anabolic synthesis and cell proliferation // Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America. – 2009. – Vol. 106, No. 51. – P. 21660–21665. – DOI: 10.1073/pnas.0911316106.
17. Uyeda K. Carbohydrate response element binding protein, ChREBP, a transcription factor coupling hepatic glucose utilization and lipid synthesis. Cell Metabolism. 2006 Volume 4, Issue 2, pages 107–110 doi:10.1016/J.CMET.2006.06.008.
18. Vandercammen A., Van Schaftingen E. Species and tissue distribution of the regulatory protein of glucokinase. Biochem. J. 1993;294:551–556. 1993, volume 294 – pages 551–556. doi: 10.1042/bj2940551.
19. Verbrugghe A, Hesta M. Cats and Carbohydrates: The Carnivore Fantasy? Vet Sci. 2017 Nov 15;4(4):55. doi: 10.3390/vetsci4040055. PMID: 29140289; PMCID: PMC5753635.
20. Vulcano L.A., Confalonieri, O., Franci, R., Tapia M.O. & Soraci A.L. Efficacy of free glutathione and niosomal glutathione in the treatment of acetaminophen-induced hepatotoxicity in cats. Open veterinary journal. T. 3. – 2013. Volume 3, Issue 1, pages 56–63.
21. Wernimont, Susan & Radosevich, Jennifer & Jackson, Matthew & Ephraim, Eden & Badri, Dayakar & Macleay, Jennifer & Jewell, Dennis & Suchodolski, Jan. (2020). The Effects of Nutrition on the Gastrointestinal Microbiome of Cats and Dogs: Impact on Health and Disease. Frontiers in Microbiology. 11. 10.3389/fmicb.2020 Volume 11, Article 1266.
22. Zoran D.L. The carnivore connection to nutrition in cats and dogs // Journal of the American Veterinary Medical Association 221(11):. – 2026. – Vol. 221, No. 11. – P. 1559–1567. – DOI: 10.2460/javma.2002.221.1559. – URL: https://www.researchgate.net/publication/10993840_The_carnivore_connection_to_nutrition_in_cats. (accessed 07.10.2026)

ЭКОЛОГИЯ И ОХРАНА ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Статья поступила в редакцию: 23.09.2026
Статья принята к публикации: 28.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 574.543

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23387

Гидроэкологическое исследование оз. Тузкан и Арнасайского водохранилища: по гидробиологическим показателям (по зообентосу)

Курбанов Абдулла Рухуллаевич
(DSc), д-р с.-х. наук ст. науч. сотр. Научно-исследовательский институт рыбоводства
Республика Узбекистан, Ташкентская область, Янгиюльский район, Кукаламзор
E-mail: abdullkurbanov985@gmail.com

Титова Наталья Олеговна
(PhD), д-р филос. наук
по биологии, мл. науч. сотр. Научно-исследовательский институт рыбоводства
Республика Узбекистан, Ташкентская область, Янгиюльский район, Кукаламзор
E-mail: satirna.kobriss@gmail.com

Hydroecological study of Tuzkan lake and the Arnasay reservoir based on hydrobiological indicators (zoobenthos)

Kurbanov Abdulla Rukhullaevich
doctor of Agricultural Sciences (DSc)
Senior Researcher Fishery Scientific-Research Institute
Republic of Uzbekistan, Tashkent Region
Yangiyul District, Kukalamzor

Titova Natalya Olegovna
doctor of Philosophy (PhD)
in Biological Sciences, Junior Researcher Fishery Scientific-Research Institute
Republic of Uzbekistan, Tashkent Region
Yangiyul District, Kukalamzor

Аннотация

Статья посвящена оценке структуры, таксономического состава и особенностей развития зообентоса озера Тузкан и Арнасайского водохранилища, входящих в Айдар-Арнасайскую систему озёр. Цель исследования заключалась в оценке современного состояния донного сообщества и выявлении основных таксономических групп, определяющих его численность и продуктивность. Исследования проводились на основе

Библиографическое описание: Курбанов А.Р., Титова Н.О. Гидроэкологическое исследование оз. Тузкан и Арнасайского водохранилища: по гидробиологическим показателям (по зообентосу) // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23387

полевых наблюдений и гидробиологического анализа проб зообентоса. В ходе работы оценивались качественные характеристики донных отложений, таксономический состав и плотность отдельных групп бентосных организмов. Установлено, что структура зообентоса исследованных водоёмов формируется под существенным воздействием антропогенной нагрузки, что проявляется в изменении физико-химических характеристик водной среды и накоплении органического вещества в донных отложениях. Наибольший вклад в общую численность и продуктивность зообентоса вносят представители отрядов Diptera и группы Crustacea, включая личинок хирономид и пресноводных ракообразных. Полученные результаты свидетельствуют о возможности использования структуры и количественных характеристик зообентоса в качестве индикаторов экологического состояния водоёмов. Мониторинг динамики численности и состава ключевых таксономических групп может быть использован для оценки направленности экологических изменений и разработки мероприятий по сохранению и восстановлению водных экосистем.

Abstract

The article is devoted to assessing the structure, taxonomic composition, and developmental characteristics of zoobenthos in Tuzkan Lake and the Arnasay Reservoir, which are part of the Aydar–Arnasay Lake System. The aim of the study was to assess the current condition of the benthic community and identify the main taxonomic groups determining its abundance and productivity. The study was based on field observations and hydrobiological analysis of zoobenthos samples. The qualitative characteristics of bottom sediments, taxonomic composition, and abundance of individual groups of benthic organisms were assessed. The results showed that the structure of zoobenthos in the studied water bodies is substantially influenced by anthropogenic pressure, which is manifested in changes in the physicochemical characteristics of the aquatic environment and the accumulation of organic matter in bottom sediments. The greatest contribution to the total abundance and productivity of zoobenthos was made by representatives of the order Diptera and the group Crustacea, including chironomid larvae and freshwater crustaceans. The findings indicate that the structure and quantitative characteristics of zoobenthos can be used as indicators of the ecological condition of aquatic ecosystems. Monitoring changes in the abundance and composition of key taxonomic groups may be useful for assessing the direction of ecological changes and developing measures for the conservation and restoration of aquatic ecosystems.

Ключевые слова: зообентос, макрозообентос, гидробиологический мониторинг, Айдар-Арнасайская система озёр, озеро Тузкан, Арнасайское водохранилище, экологическое состояние.

Keywords: zoobenthos, macrozoobenthos, hydrobiological monitoring, Aydar–Arnasay Lake System, Tuzkan Lake, Arnasay Reservoir, ecological condition.

Благодарности и финансирование

Исследование выполнено в рамках государственной бюджетной научно-исследовательской темы Научно-исследовательского института рыбоводства при Комитете ветеринарии и развития животноводства Республики Узбекистан.

Acknowledgements and Funding

This research was carried out within the framework of a state-funded research project of the Fisheries Research Institute under the Veterinary and Livestock Development Committee of the Republic of Uzbekistan.

Введение

Преобладающей группой бентосных сообществ в донных отложениях ААСО за последнее десятилетие была представлена илоядными формами малощетинковых червей сем. Tubificidae и личинок хирономид п/сем. Chironominae (до 60). [11,13,2]

Другой автор отмечает, что комплекс бентофауны ААСО, в целом, не отличается особым разнообразием и представлен преимущественно широко распространенными пресноводно-солоноватыми видами личинок поденок Cloeon dipterun (L.), Caenis macrura Steph., Baetis bioculatus (L), личинками двукрылых Ceratopogonidae gen.sp., креветки Macrobrachium nipponense asper Stimpson., жуки родов Haliplus, Gyrinus, Coelambus, личинки стрекоз, клопы. С меньшей ритмичностью развиваются круглые черви, нематоды, олигохеты, ракообразные, мизиды, личинки гелеид и др.

В бентосном сообществе в отложениях преобладают лимоядные формы р-сапробных видов олигохет семейства Tubificidae и хирономид личинок подсемейства Chironomidae (до 60 %). В заслое высших водных растений фитофильная фауна наиболее распространена с b-a-сапробными видами олигохет, отнесенных к подсемейству Naidinae, a-сапробными видами личинок стрекоз семейства Coenagrionidae и хирономидами рода Tanytarsus и мизиды, креветками и подёнки рода Baetis, Caenis. Количественные показатели развития макрозообентоса ААСО летом 2015 г. колебались в Восточном Арнасае от 41,5 до 725 мг/л, а в озере Тузкан – от 500 до 6416 мг/л. По биомассе также доминировала креветка M.nipponense (Asper Stimpson).

Материалы и методы

Исследования зообентоса проводились в озере Тузкан и Арнасайском водохранилище, входящих в Айдар-Арнасайскую систему озёр, в конце мая 2024 года. Объектом исследования являлось сообщество донных водных беспозвоночных, включающее представителей червей, моллюсков, ракообразных и водных насекомых.

Видовой состав и количественные характеристики зообентоса использовали для оценки современного экологического состояния исследованных водоёмов.

Отбор проб зообентоса осуществляли с учётом характера донного грунта и глубины водоёма. В прибрежной зоне и на малых глубинах применяли скребки, позволяющие проводить качественный сбор организмов с различных типов грунта, включая песчаные, мягкие и твёрдые субстраты. На больших глубинах для отбора донных проб использовали дночерпатели. Такой подход позволял учитывать особенности распределения бентосных организмов в различных участках исследованных водоёмов [7, 6].

Камеральная обработка проб включала их частичную разборку, промывку и сортировку организмов по основным таксономическим группам. Идентификацию организмов проводили с использованием специализированных определителей пресноводных беспозвоночных [8].

При анализе учитывали таксономический состав, численность и биомассу отдельных групп зообентоса. Количественные показатели пересчитывали на единицу площади дна (экз./м²) с применением соответствующего коэффициента пересчёта, зависящего от площади захвата используемого орудия отбора проб [7, 6].

Для характеристики структуры бентосного сообщества использовали показатели относительного обилия организмов. На основании полученных значений выделяли доминирующие и субдоминирующие таксоны. Согласно принятой шкале относительного обилия, к доминирующим относили таксоны, имеющие 5–9 баллов, а к субдоминирующим — таксоны с показателем 3 балла [6].

Оценку качества воды по гидробиологическим показателям проводили с использованием сапробиологического подхода и модифицированного биотического индекса Вудивиса [1].

Индекс сапробности рассчитывали с учётом индикаторной значимости и относительного количества организмов каждого таксона:

$S = \Sigma(s \times h) / \Sigma h$,

где S — индекс сапробности водоёма; s — индикаторная значимость таксона; h — относительное количество особей соответствующего таксона.

Индикаторную значимость организмов определяли в соответствии с их принадлежностью к сапробным группам: для олигосапробных организмов значение s = 1, для β-мезосапробных — s = 2, для α-мезосапробных — s = 3, для полисапробных — s = 4.

Полученные значения индекса использовали для определения степени сапробности и экологической характеристики водоёмов. Видовой состав и количественное развитие организмов бентали рассматривали как показатели состояния донных отложений и придонного слоя воды, тогда как организмы фитали использовали преимущественно для характеристики качества водной массы [3, 4, 7, 8].

Результаты и обсуждения

Зообентос оз. Тузкан и Арнасайского водохранилища характеризуется наличием комплекса пресноводных и солоноватых видов. Донная фауна представлена преимущественно олигохетами семейства Tubificidae и личинками хирономид подсемейства Chironominae, а также фитофильной фауной — креветками, личинками ортокладииновых хирономид, жуками и мокрецами.

По результатам исследований конца мая 2024 года, зообентос оз. Тузкан представлен семью видами из пяти таксономических групп, основу которого составляют олигохета Nais pseudoptusa и личинки хирономид (Chironomus halophilus, Tanytarsus gr. lobatifrons, Cricotopus tremulus) и некоторые виды жуков и креветок.

Арнасайское водохранилище представлено шестнадцатью видами из семи таксономических групп, среди которых преобладают представители семейств поденок, стрекоз, нематод, моллюсков и разнообразные хирономиды, такие как Chironomus halophilus, Tanytarsus gr. lobatifrons, Cricotopus bicinctus.

Максимальные показатели численности зафиксированы на озере Тузкан (точка №1) — 680 экз./м² и в Арнасае (точка №6) — 2040 экз./м², обусловленные высокой численностью личинок хирономид.

Показатели качества воды обоих водоёмов указывают на уровень α-мезасапробности (S=3,0–3,5), соответствующий IV классу чистоты — загрязнённые и минерализованные воды.

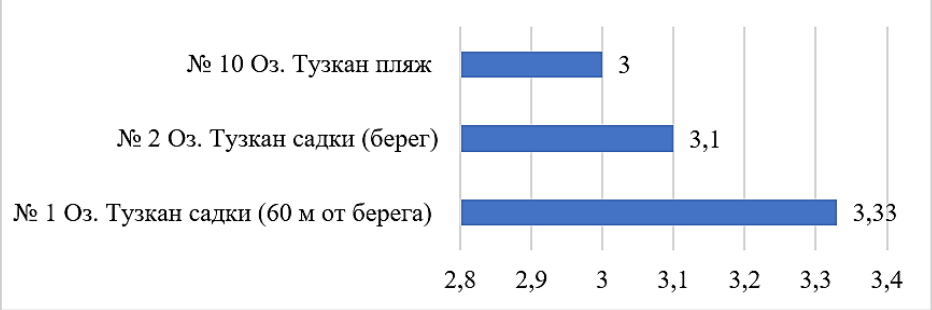


Рисунок 1. Уровень сапробности на точках проб на оз. Тузкан

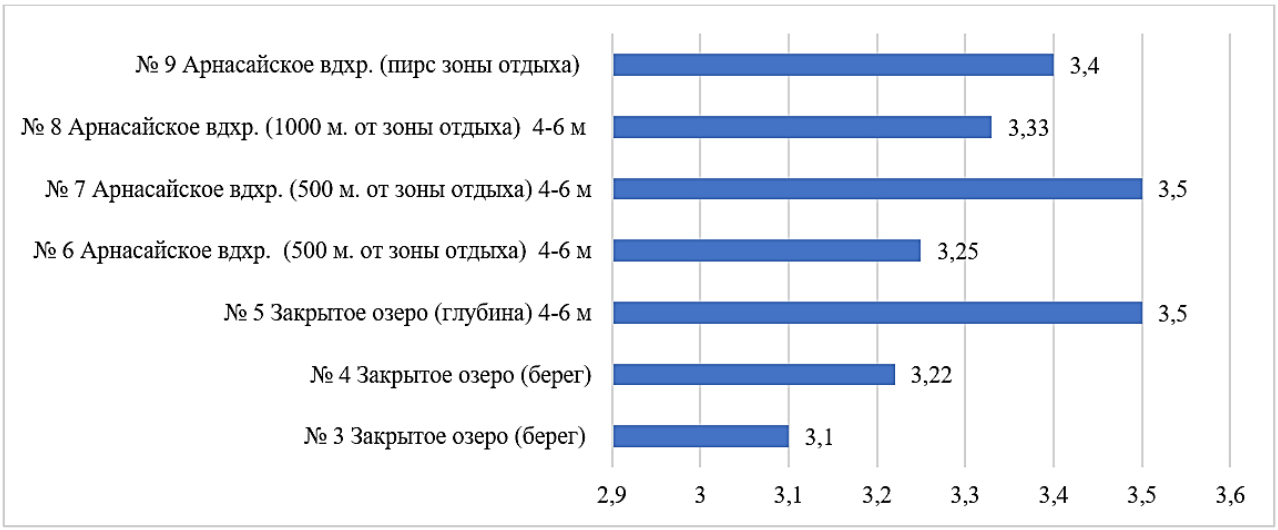


Рисунок 2. Уровень сапробности на точках отбора проб на Арнасайском водохранилище

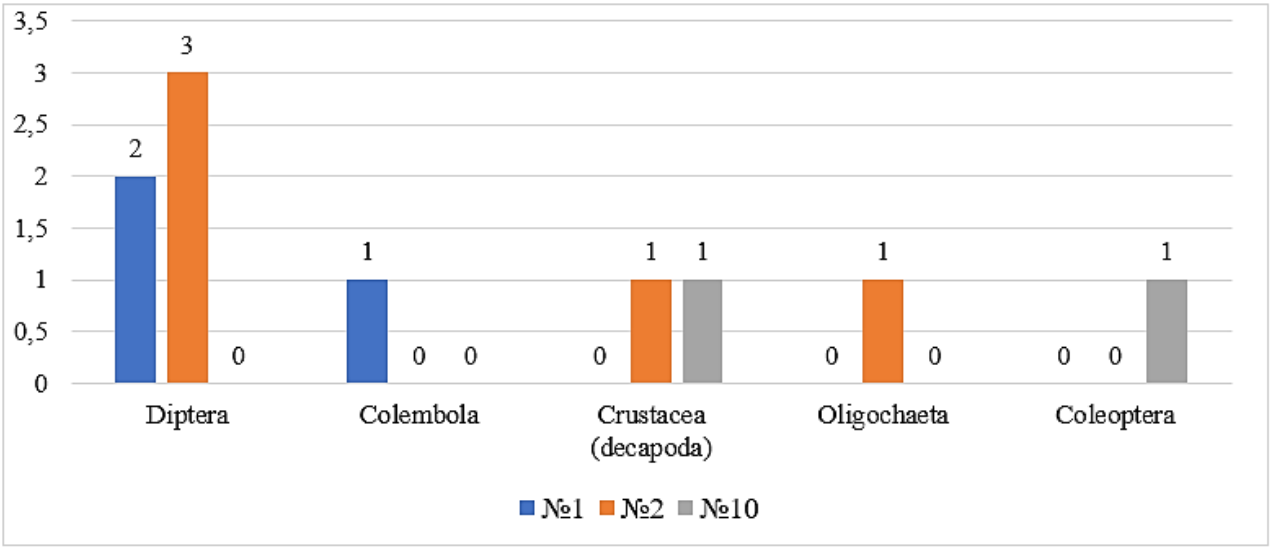


Рисунок 3. Таксономическая характеристика видов зообентоса оз. Тузкан

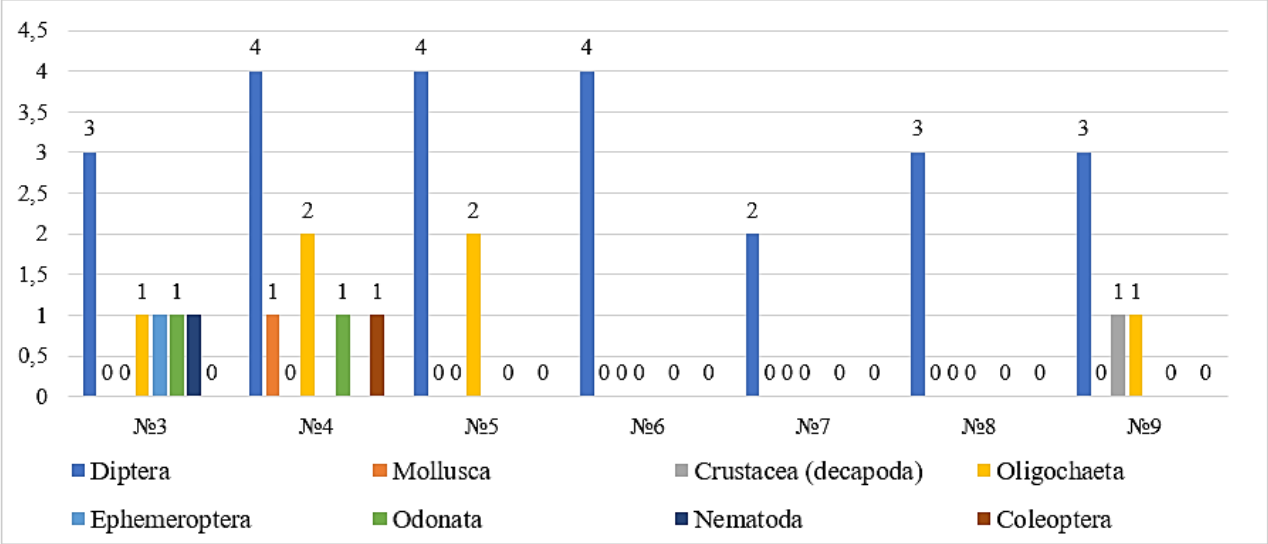


Рисунок 4. Таксономическая характеристика видов зообентоса Арнасайского водохранилища

В пробе, отобранной с точки № 1 было обнаружено 3 вида организмов зообентоса из 2 таксономических групп: двукрылые – 2 видов; ногохвостки – 1 вид. Показатели численности в мае 2024 года составили 680 экз/м^2, а биомассы 0,4753 г/м^2.

В пробе, отобранной с точки № 2 было обнаружено 5 видов организмов зообентоса из 3 таксономических групп: двукрылые – 3 вида; ракообразные – 1 вид; малощетинковые черви – 1 вид. Показатели численности в мае 2024 года составили 164 экз/м^2, а биомассы 138,989 г/м^2.

В пробе, отобранной с точки № 10 было обнаружено 2 вида организмов зообентоса из 2 таксономических групп: жуки – 1 вид; ракообразные – 1 вид. Показатели численности в мае 2024 года составили 88 экз/м^2, а биомассы 57,0749 г/м^2.

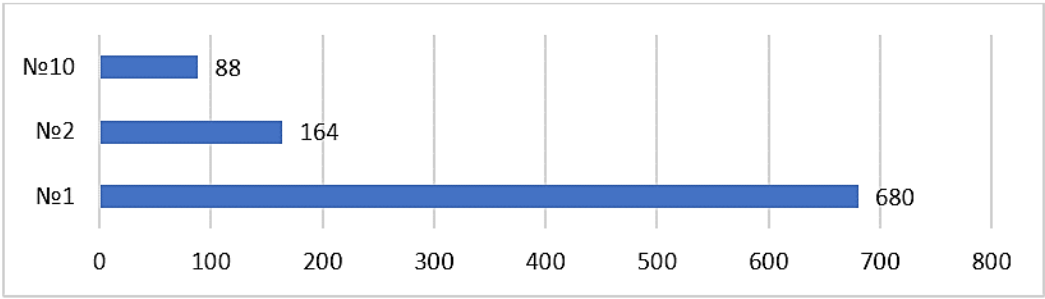


Рисунок 5. Численность организмов зообентоса оз. Тузкан

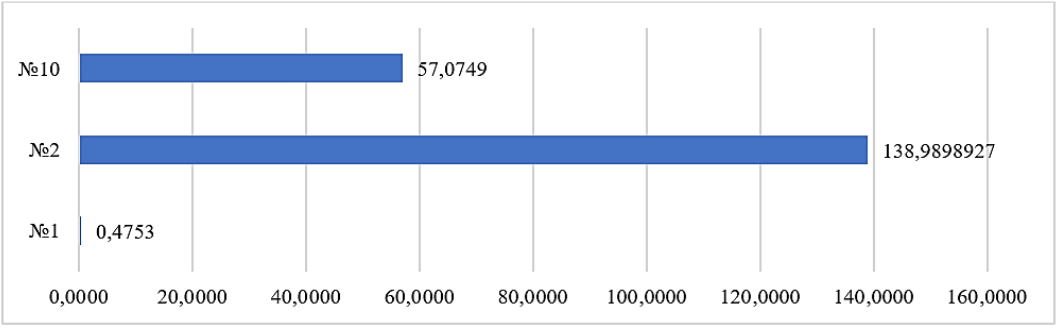


Рисунок 6. Биомасса организмов зообентоса оз. Тузкан

В пробе, отобранной с точки № 3 было обнаружено 7 видов организмов зообентоса из 5 таксономических групп: поденки – 1 вид; стрекозы – 1 вид; двукрылые – 3 вида; малощетинковые черви – 1 вид; нематоды – вид. Показатели численности в мае 2024 года составили 177 экз/м^2, а биомассы 0,5524 г/м^2.

В пробе, отобранной с точки № 4 было обнаружено 9 видов организмов зообентоса из 5 таксономических групп: стрекозы – 1 вид; двукрылые – 4 вида; моллюски – 1 вид; водные жуки – 1 вид; малощетинковые черви – 2 вида. Показатели численности в мае 2024 года составили 178 экз/м^2, а биомассы 0,0886 г/м^2.

В пробе, отобранной с точки № 5 было обнаружено 6 видов организмов зообентоса из 2 таксономических групп: двукрылые – 4 вида; малощетинковые черви – 2 вида. Показатели численности в мае 2024 года составили 1680 экз/м^2, а биомассы 1,9909 г/м^2.

В пробе, отобранной с точки № 6 было обнаружено 4 вида организмов зообентоса из 1 таксономической группы: двукрылые – 4 вида. Показатели численности в мае 2024 года составили 2040 экз/м^2, а биомассы 1,8409 г/м^2.

В пробе, отобранной с точки № 7 было обнаружено 2 вида организмов зообентоса из 1 таксономической группы: двукрылые – 2 вида. Показатели численности в мае 2024 года составили 120 экз/м^2, а биомассы 0,1197 г/м^2.

В пробе, отобранной с точки № 8 было обнаружено 3 вида организмов зообентоса из 1 таксономической группы: двукрылые – 3 вида. Показатели численности в мае 2024 года составили 240 экз/м^2, а биомассы 0,1718 г/м^2.

В пробе, отобранной с точки № 9 было обнаружено 5 видов организмов зообентоса из 3 таксономических групп: двукрылые – 3 вида, ракообразные – 1 вид; малощетинковые черви – 1 вид. Показатели численности в мае 2024 года составили 276 экз/м^2, а биомассы 137,7181 г/м^2.

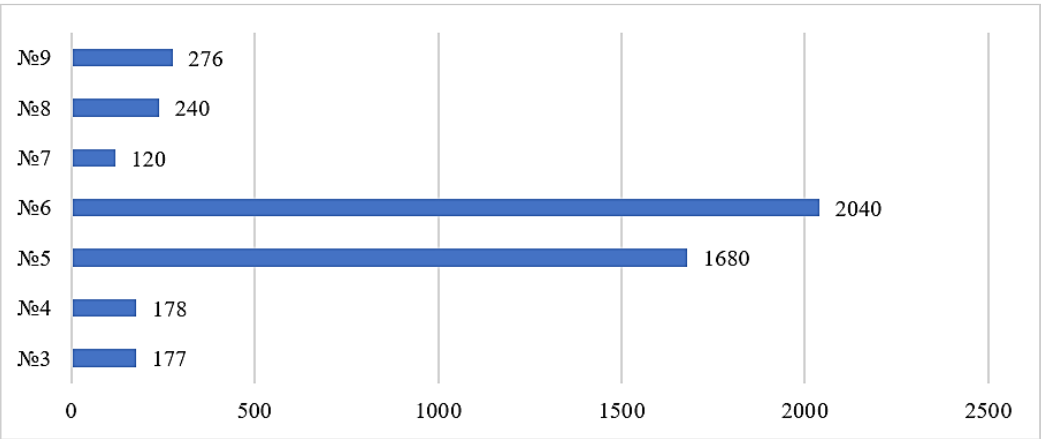


Рисунок 7. Численность организмов зообентоса Арнасайского водохранилища

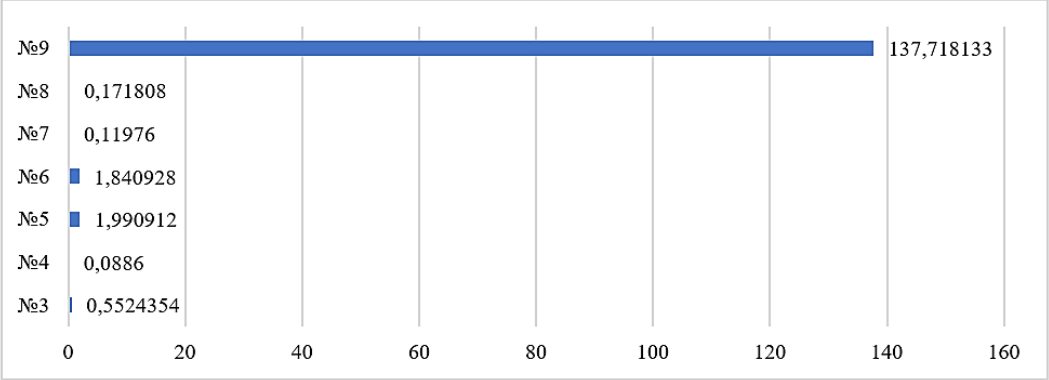


Рисунок 8. Биомасса организмов зообентоса Арнасайского водохранилища

Заключение

Зообентос оз. Тузкан (садки и пляж) представлен 7 видами из 5 таксономических групп. Основные таксономические группы: олигохеты вида Nais pseudoptusa, хирономиды видов Chironomus halophilus, Tanytarsus gr. lobatifrons, Cricotopus tremulus, жуки вида Bidesus japonicus, ногохвостки Isotoma viridis, креветки вида Macrobrachium nepponensa.

Максимальная численность организмов зообентоса отмечена на точке №1 — 680 экз./м^2.

Зообентос Арнасайского водохранилища (близ зоны отдыха и закрытое озеро) представлен 16 видами из 7 таксономических групп.

Доминируют подёнки рода Ephemerella, стрекозы Gomphus flavipes, Ishnura elegans, олигохеты Nais pseudoptusa, Limnodrilus hoffmeisteri, хирономиды Chironomus halophilus, Tanytarsus gr. lobatifrons, мокрецы рода Palpomyia, креветки Macrobrachium nepponensa, жуки Bidesus japonicus, моллюски рода Physa, также встречаются и нематоды.

Наибольшая численность организмов зообентоса обнаружена на точке №6 — 2040 экз./м^2.

Анализ горизонтального распределения основных групп зообентоса показал доминирование почти на всех станциях Арнасайского водохранилища по вкладу в общие количественные показатели донной фауны представителей отрядов Diptera и Crustacea.

На всех станциях отбора проб по оз. Тузкан (около садков и пляж), а также Арнасайского водохранилища (близ зоны отдыха и закрытое озеро) соответствуют α-мезасапробной зоне, т.е. показатели сапробности (S) находятся в диапазоне между 3,00 до 3,50. Что, в свою очередь, означает что качество воды соответствует IV классу – загрязненные и минерализованные воды.

Список литературы

1. Вудивис Ф. Биотический индекс р. Трент. Макробеспозвоночные и биологическое обследование // Научные основы контроля качества поверхностных вод по гидробиологическим показателям. – Л.: Гидрометеоиздат, 1977. – С. 132–161.
2. Гинатуллина Е.Н., Титова Н.О. Современное состояние рыбного промысла и сообщества гидробионтов в Айдаро-Арнасайской системе озер (Узбекистан) // Научные труды Дальрыбвтуза. – 2023. – Т. 70, № 4. – С. 134–140.

3. Жадин, В.И. Реки, озера и водохранилища СССР, их фауна и флора / В.И. Жадин, С.В. Герд. – Москва: Учпедгиз, 1961. – 599 с.
4. Жизнь пресных вод СССР. Т. 1. – М.; Л.: Изд-во АН СССР, 1940. – 460 с.
5. Китаев С.П. Основы лимнологии для гидробиологов. – Петрозаводск: Карельский научный центр РАН, 2007. – 395 с.
6. Методы гидробиологического мониторинга водных объектов региона Центральной Азии: рекомендации / под ред. В.Н. Тальских. РУз 52.25.32–97. – Ташкент. – Ташкент. – 1997. – 67 с.
7. Мустафаева З.А., Мирзаев У.Т., Камилов Б.Г. Методы гидробиологического мониторинга водных объектов Узбекистана: методическое пособие. – Ташкент: Навруз, 2017. – 112 с.
8. Определитель пресноводных беспозвоночных России и сопредельных территорий / под ред. С.Я. Цалолихина. Низшие беспозвоночные. – СПб., 1994. – Т. 1.
9. Унифицированные методы исследования качества вод. Методы биологического анализа вод. 4.3. Приложение 1: Индикаторы сапробности. Приложение 2: Атлас сапробных организмов. – 227 С. 185 с. – М.: СЭВ, 1977. – 91 с.
10. Федоров В.Д., Капков В.И. Практическая гидробиология пресноводных экосистем. – М.: МГУ, 2006. – 365 с.
11. Kurbanov A., Titova N., Mustaphaeva Z., Atabaeva N. The role of macrozoobenthos and periphyton in bioindication of water resources quality in Uzbekistan // E3S Web of Conferences. – 2021. – Т. 265.
12. Kurbanov A.R., Kim S.I., Titova N.O. Developmental level of the benthofauna in the fishery as an indicator of the ecological condition of the water bodies // European Journal of Agricultural and Rural Education. – 2021. – Т. 2, № 7. – P. 4–11.
13. Mustafaeva Z.A., Namozov S.M., Titova N.O., Sobirov J.J. The current state of hydrobionts of the Aydar-Arnasay systems of lakes // Journal of Pharmaceutical Negative Results. – 2022. – Т. 13. – P. 3377–3387.

References

1. Vudivis F. Bioticheskiy indeks r. Trent. Makrobezpozvonochnye i biologicheskoe obsledovanie // Nauchnye osnovy kontrolya kachestva poverkhnostnykh vod po gidrobiologicheskim pokazatelyam. – 1977.
2. Ginatullina E.N., Titova N.O. Sovremennoe sostoyanie rybnogo promysla i soobshchestva gidrobiontov v Aydaro-Arnasayskoy sisteme ozer (Uzbekistan) // Nauchnye trudy Dalrybvtuza. – 2023. – Vol. 70, No. 4.
3. Zhadin V.I., Gerd S.V. Reki, ozera i vodokhranilishcha SSSR, ikh fauna i flora. – M.: Uchpedgiz, 1961.
4. Zhizn presnykh vod SSSR. T. 1. – M.; L.: Izd-vo AN SSSR, 1940. – 460 s.
5. Kitaev S.P. Osnovy limnologii dlya gidrobiologov. 395 s. – Petrozavodsk: Karelskiy nauchnyy tsentr RAN, 2007.

6. Metody gidrobiologicheskogo monitoringa vodnykh obektov regiona Tsentralnoy Azii: rekomendatsii. V.N. Talskikh. RUz 52.25.32–97. – Tashkent, 1997. – 67 s. – Tashkent, 1997. – 67 P.P.
7. Mustafaeva Z.A., Mirzaev U.T., Kamilov B.G. Metody gidrobiologicheskogo monitoringa vodnykh obektov Uzbekistana: metodicheskoe posobie. 112 s. – Tashkent: Navruz, 2017.
8. Opredelitel presnovodnykh bespozvonochnykh Rossii i sopredelnykh territoriy. S.Ya. Tsalolikhina. Nizshie bespozvonochnye. – SPb., 1994. – T. 1.
9. Unifitsirovannye metody issledovaniya kachestva vod. Metody biologicheskogo analiza vod. 4.3. – 185 s. Prilozhenie 1: Indikatory saprobnosti. – 91 s. Prilozhenie 2: Atlas saprobnykh organizmov. – 227 s. Appendix 1: 91 P. Appendix 2: 227 P.P. – M.: SEV, 1977. – 185 P.
10. Fedorov V.D., Kapkov V.I. Prakticheskaya gidrobiologiya presnovodnykh ekosistem. 365 s. – M.: MGU, 2006.
11. Kurbanov A., Titova N., Mustaphaeva Z., Atabaeva N. The role of macrozoobenthos and periphyton in bioindication of water resources quality in Uzbekistan // E3S Web of Conferences. – 2021. – Vol. 265.
12. Kurbanov A.R., Kim S.I., Titova N.O. Developmental level of the benthofauna in the fishery as an indicator of the ecological condition of the water bodies // European Journal of Agricultural and Rural Education. – 2021. – Vol. 2, No. 7. – P. 4–11.
13. Mustafaeva Z.A., Namozov S.M., Titova N.O., Sobirov J.J. The current state of hydrobionts of the Aydar-Arnasay systems of lakes // Journal of Pharmaceutical Negative Results. – 2022. – Vol. 13. – P. 3377–3387.

Статья поступила в редакцию: 13.09.2026
Статья принята к публикации: 18.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 502.521:631.587-047

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23439

Характеристика мелиоративного состояния почв региона Южного Приаралья на основе современных методов

Отенова Фарида Толегеновна
д-р биол. наук, доц.
кафедры Биологии Нукусский государственный педагогический институт, ст. науч. сотр.
Каракалпакский научно исследовательский институт Естественных наук
Республика Узбекистан, г. Нукус
E-mail: farida.otenova@mail.ru

Мамбетуллаева Светлана Мирзамуратовна
д-р биол. наук, проф.
Каракалпакский научно исследовательский институт Естественных наук
Республика Узбекистан, г. Нукус
E-mail: smamb.@mail.ru

Characterization of the soil reclamation state in the Southern Aral Sea region based on modern methods

Otenova Farida Tolegenovna
doctor of biological sciences, Associate Professor
of the Department of Biology of the Nukusstate pedagogical institute Senior researcher
of the Karakalpak Scientific
Research Institute of Natural Sciences
Republic of Uzbekistan, Nukus

Mambetullaeva Svetlana Mirzamuratovna
doctor of biological sciences, professor
Karakalpak scientific research institute of natural sciences
Republic of Uzbekistan, Nukus

Аннотация

Целью настоящего исследования является комплексная оценка пространственно-временной динамики почвенно-мелиоративного состояния орошаемых земель Южного Приаралья (Республика Каракалпакстан) за десятилетний период (2014–2024 гг.), а также выявление основных факторов их экологической деградации. В статье подробно рассмотрены ключевые механизмы развития почвенно-деградационных процессов, включая вторичное засоление, дегумификацию и трансформацию естественного гидрогеологического

Библиографическое описание: Отенова Ф.Т., Мамбетуллаева С.М. Характеристика мелиоративного состояния почв региона Южного Приаралья на основе современных методов // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23439

режима. На основе интеграции результатов лабораторных химических анализов и данных дистанционного зондирования проведен детальный количественный анализ пространственного распределения показателей кислотности (pH) и степени засоленности почвенных горизонтов в разрезе шести ключевых административных районов региона. Обоснована критическая необходимость проведения систематической инвентаризации и пространственного мониторинга солеаккумуляции для разработки экологически безопасных и адаптивных мелиоративных мероприятий. Показано, что резкое усиление роли неуправляемых климатических факторов, в частности динамика температуры воздуха, непосредственно определяет режим накопления осадков, интенсивность испарения и физико-химические процессы в почвенном профиле. Разработанная методология анализа риска деградации почв рассматривается как важнейший инструмент природоохранного управления, позволяющий проводить точную оценку экологических рисков и обеспечивающий устойчивую научную основу для принятия управленческих решений.

Abstract

The purpose of this study is to provide a comprehensive assessment of the spatiotemporal dynamics of the soil-reclamation condition of irrigated lands in the Southern Aral Sea region (Republic of Karakalpakstan) over a ten-year period (2014–2024) and to identify the main drivers of their ecological degradation. The paper examines key mechanisms of soil degradation processes in detail, including secondary salinization, dehumification, and the transformation of the natural hydrogeological regime. Based on the integration of laboratory chemical analysis results and remote sensing data, a detailed quantitative analysis of the spatial distribution of acidity (pH) and soil horizon salinization levels across six key administrative districts of the region was conducted. The critical need for systematic inventory and spatial monitoring of salt accumulation is substantiated to develop environmentally safe and adaptive reclamation measures. Uncontrollable climatic factors, particularly air temperature dynamics, directly determine moisture accumulation regimes, evaporation intensity, and physicochemical processes within the soil profile. The developed methodology for soil degradation risk analysis serves as a crucial environmental management tool, providing a sustainable scientific foundation for effective decision-making.

Ключевые слова: засоленные почвы, деградация площадей, степень засоленности, Южное Приаралья, кислотность (pH) почвы, орошаемые земли.

Keywords: salinized soils, land degradation, degree of salinization, Southern Aral Sea region, soil acidity (pH), irrigated lands.

Введение

В настоящее время одной из главных экологических проблем региона является вторичное засоление земель, которое происходит вследствие повышения минерализации грунтовых вод. Регион Южного Приаралья из-за существующих экологических проблем, таких как дефицит водных ресурсов, засоление почв, загрязнение вод, неудовлетворительное снабжение населения качественной питьевой водой, деградация пастбищ и пахотных земель, гибель тугайных и саксауловых лесов признан официально зоной экологического бедствия [3; 11; 24]. Базовым критерием оценки физического состояния почвы является соответствие

комплекса почвенных свойств характеру функций, выполняемых почвой в конкретном ландшафте. В этом контексте наибольшую актуальность приобретают вопросы количественной оценки засоленных почв. Это значит, что, прежде всего, необходимо установить, как и в какой степени влияет количество солей на выполнение почвой своих экологических функций через изменение физических свойств [12].

Засоленные почвы непременный компонент как естественных, так и антропогенных ландшафтов аридных территорий. Засоленность почв является одним из основных генетических показателей аридных почв, а также свойством, ограничивающих свое плодородие. Вопросы классификации, происхождения и агромелиорации почв аридных территорий не могут быть разрешены без кропотливого исследования засоленных почв, детализированного мониторинга их распространения и прогнозного развития. В связи с ростом антропогенного прессинга, деградация почв является одной из самых актуальных и призывающих незамедлительной интерцессии проблем сегодняшнего дня [8; 9].

Засоление почв выделено, как один из наиболее значительных типов деградации почв с учетом реальной встречаемости и природно-хозяйственной значимости последствий. Повсеместное увеличение площадей засоленных почв и сокращение вследствие этого пахотных угодий вызывает необходимость экологической оценки засоленных почв с точки зрения их экологического состояния [10; 14; 15].

С этой точки зрения охрана плодородия почв и его увеличение является одной из основных экологических проблем. При использовании почвы, влияющие, на нее некоторые антропогенные процессы способствуют, снижению ее плодородия, в связи, с чем необходимо проводить мероприятия, направленные на их устранение [16; 19].

Одним из доминирующих процессов деградации на орошаемых территориях Южного Приаралья является засоление почв. Наблюдаемое сегодня состояние почвенного покрова в этом регионе можно охарактеризовать как критическое. За последние четыре-пять десятилетий уровень гумуса в почвах сократился на треть или даже на 40 %, при этом примерно 60 % сельскохозяйственных угодий имеют содержание гумуса ниже 1 %. Следовательно, основная задача, стоящая перед сельским хозяйством Приаралья, заключается в восстановлении засоленных земель и их возвращении в производственный цикл [13; 20; 21].

Исходя из этого, **целью данного исследования является** комплексная оценка динамики почвенно-мелиоративного состояния орошаемых земель Южного Приаралья за десятилетний период (2014–2024 гг.) на основе интеграции данных лабораторных химических анализов и дистанционного зондирования для выявления пространственно-временных закономерностей солеаккумуляции и разработки научного обоснования адаптивно-мелиоративных мероприятий.

Материалы и методы

Исследования проводились в аридной зоне региона Южного Приаралья (Республике Каракалпакстан), занятым орошаемыми почвами в разных ширкатных хозяйствах центральной зоны республики (рис.1). Почвенные образцы для определения степени

засоления отбирались конвертным методом с каждого участка с верхнего 0 – 30 см слоя. В отобранных и подготовленных к химическому анализу почвенных образцах определялось содержание водорастворимых солей [6; 14].

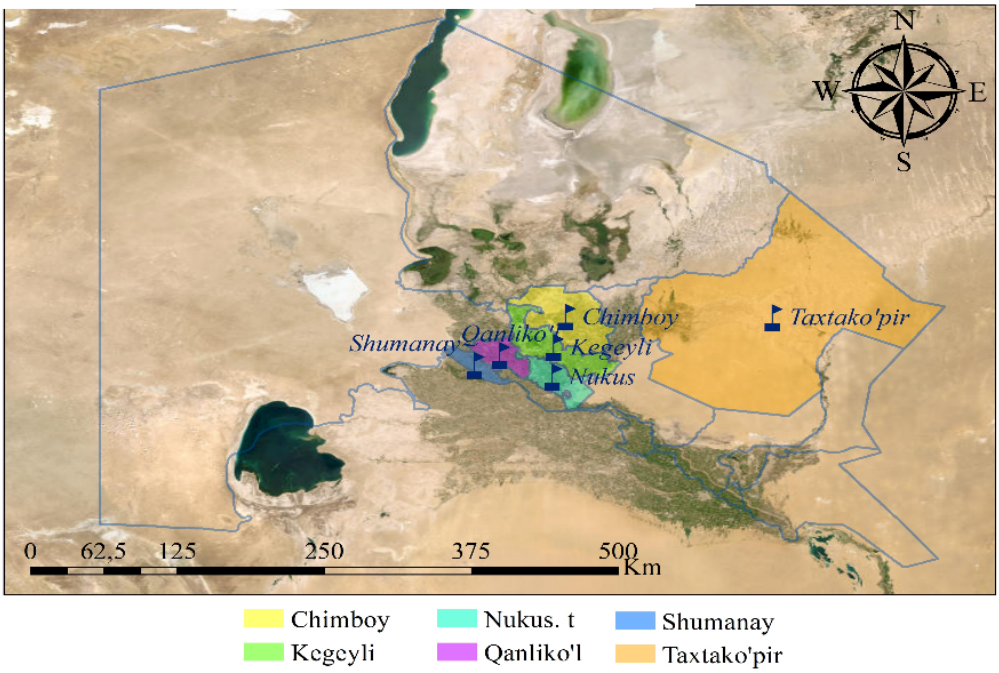


Рисунок 1. Карта-схема районов проведения исследований в Республике Каракалпакстан согласно (http://google.maps)

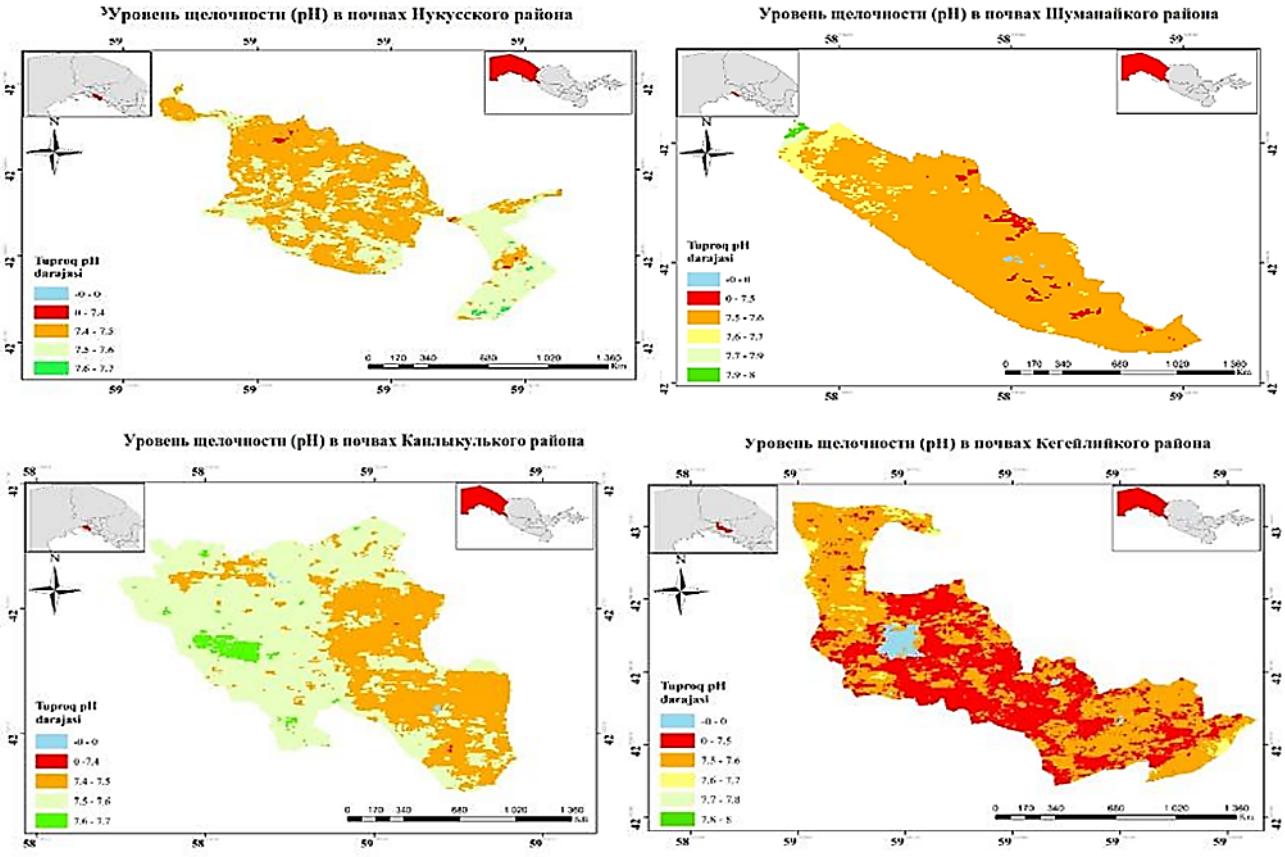
Из проведённых опытов и с засеянных посевами участков были отобраны почвенные образцы, в которых определяли содержание гумуса и азота, а также их подвижные формы. Почвы опытного участка представлены аллювиально-луговыми и лугово-болотными почвами. Степень засоления данных почв различна. В этих почвах также определялось содержание водорастворимых солей [22]. Исследования проводились в течение 2014–2024 годов. Анализ почв выполнялся в соответствии с руководствами «Практические занятия по почвоведению», а также «Почвенная микробиология и биохимия» под редакцией проф. Д.Г. Звягинцева [9; 5].

Результаты исследования и обсуждения

Анализ орошаемых земель Южного Приаралья по почвенно-мелиоративным районам показал, что наибольшую площадь занимают серо-бурые почвы — 55,6 %. Пустынно-песчаные почвы составляют 15,7 %, тогда как болотно-луговые почвы занимают минимальную долю — всего 0,10 %. Орошаемое земледелие провоцирует подъем солей из глубоких подстилающих пород. Влияние гидрогеологических условий и характеристик дренажа определяет объем этого выноса: он составляет от 20 % до 60 % от общего солесодержания в дренажных водах. Одной из ключевых экологических проблем региона стало вторичное засоление, вызванное интенсивным орошением. Переход почв из автоморфного состояния в гидроморфное радикально изменил их свойства, что делает необходимым поиск и внедрение новых методов мелиорации и управления водными ресурсами [1; 4; 18; 7; 13; 17].

Деградация орошаемых площадей и снижение объемов сельскохозяйственного производства являются прямым следствием вторичного засоления почв. В нынешних условиях состояние агроландшафтов и их способность к воспроизводству критически зависят от текущего климатического режима и погодных условий региона. Кислотность — один из важнейших показателей, влияющих на все процессы, происходящие в почве: от доступности питательных веществ для растений до активности почвенных микроорганизмов. pH почвы — ключевая характеристика, которая может быть использована для проведения информативного анализа как качественных, так и количественных характеристик почвы. Кислотность почвы (pH) имеет научное и практическое значение в сельском хозяйстве. Этот показатель влияет на рост и развитие сельскохозяйственных культур, а также на выбор удобрений [2; 23; 6].

Проведенный анализ дистанционного зондирования на наличие кислотности почвы показал, что в Нукусском районе Каракалпакстана основная доля приходится на нейтральные почвы (41,5 %) и слабокислые почвы (58,09 %). Самые минимальные значения составили слабощелочные и сильнощелочные почвы (0,3 и 0,45 % соответственно) (рис2).



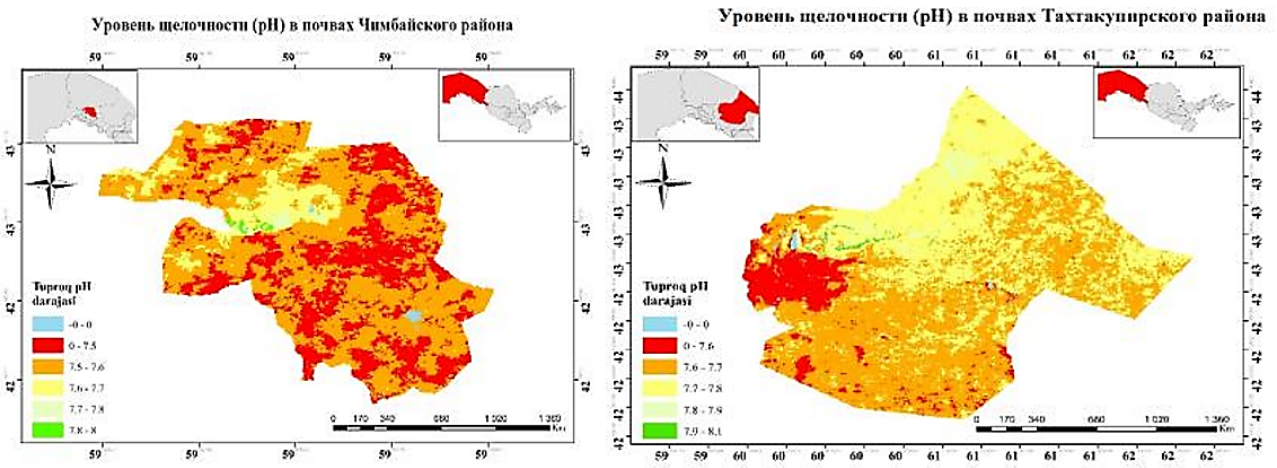


Рисунок 2. pH-среда почв, распространенных в различных районах Республики Каракалпакстан

Проведенный анализ почв на их кислотно-щелочной баланс в Шуманайском районе республики показал, что основная доля приходится на почвы с слабокислым — 88,14 %. Самые минимальные показатели объема почв приходятся на сильнощелочные почвы — 0,43 %. Доля сильно кислотных почв составляет 2,47 %. Доля почв с нейтральной кислотностью составляет 7,76 % всей площади территории района.

В структуре почвенных ресурсов Канлыкульского района доминируют почвы с нейтральным показателем pH (61,5 %). Вторыми по распространенности являются слабокислые типы почв (35,8 %). Участки с признаками слабой щелочности имеют ограниченное распространение и охватывают 2,55 % земель района. Проведенный анализ почв на их кислотно-щелочной баланс в Кегейлийском районе республики показал, что основная доля приходится на почвы с слабой кислотностью — 53,1 %. Доля с сильно кислотным балансом составляет 41,22 %. Самые минимальные показатели объема почв приходится на сильно щелочные почвы — 0,02 %. Доля слабощелочных почв составляет 0,04 %. Доля почв с нейтральной кислотностью составляет 3,07 % всей площади территории района. В Чимбайском районе Каракалпакстана основная доля приходится на слабокислотные почвы (57,65 %) и сильно кислотные почвы (31,18 %). Самые минимальные значения составили слабощелочные и сильно щелочные почвы (0,94 и 0,36 % соответственно). Анализ почв на их кислотно-щелочной баланс в Тахтакупырском районе Каракалпакстана показал, что основная доля приходится на почвы со слабой кислотностью — 49,2 %, а также на грунты с нейтральной кислотностью — 39,3 %. Самые минимальные показатели объема почв приходятся на сильно щелочные почвы — 0,4 %. Доля сильно кислотных почв составляет 8,2 % всей площади территории Тахтакупырского района (рис. 3). Регулярное измерение pH и своевременная коррекция pH позволяют избежать физиологических расстройств растений, увеличить урожайность и улучшить качество продукции. Учёт кислотности почвы позволяет минимизировать потери питательных веществ и обеспечить их оптимальное усвоение растениями.

Заключение

Проблема вторичного засоления почв в регионе Южного Приаралья, в частности в Республике Каракалпакстан является актуальной проблемой, возникшей вследствие широкомасштабного освоения орошаемого земледелия. Решение этого вопроса требует разработки новых научных экологических инновационных подходов для улучшения состояния орошаемых площадей в регионе Приаралья. Таким образом, для разработки мероприятий по борьбе с вторичным засолением почв необходимо учитывать факторы природного процесса и причины сезонного засоления. На основе научно-обоснованных подходов и современных методов дистанционного зондирования и моделирования процессов засоления необходимо провести инвентаризацию территорий орошаемого земледелия с целью выявления направленности тренда и интенсивности процесса солеаккумуляции.

Список литературы

1. Аринушкина Е.В. Руководство по химическому анализу почв. – М.: МГУ, 1970. – 487 с.
2. Ахмедов А.У., Гафурова Л.А. Оценка современного почвенно-мелиоративного состояния почв голодной степи // Земледелие, агрохимия и почвоведение. – 2019. – № 4 (90). – С. 7–11.
3. Бахиев А.Б., Трешкин С.Е., Мамутов Н.К. Результаты экспериментальных исследований по созданию галофитных пастбищ в Южном Приаралья // Вестник ККО АН РУз. – 2009. – № 4. – С. 103–108.
4. Волобуев В.Р. Экология почв. – Баку. – 1963. – 260 с.
5. Звягинцев Д.Г., Добровольская Т.Г., Бабьева И.П., Зенова Г.М., Лысак Л.В., Марфенина О.Е. Роль микроорганизмов в биогеоценотических функциях почв // Почвоведение. – 1992. – № 6. – С. 63–77.
6. Кузиев Р. Орошаемые почвы сероземного пояса Узбекистана, их экологическое состояние и плодородие: автореф. дисс. д-ра биол. наук. – Ташкент, 1994. – 44 с.
7. Методика определения размеров ущерба от деградации почв и земель (Утверждена приказом Роскомзема и Минприроды России от 17 июля 1994 г). – 13 с.
8. Минкина Т.М. Методические аспекты почвенно-экологического мониторинга // Плодородие. – 2002. – № 5. – С. 33–35.
9. Мирхамидов Х., Мирюнусов М. Тупроқшуносликдан амалий машғулотлар. – Тошкент: Мехнат, 1987. – 92 с.
10. Нигматов А.Н. Геоэкологические аспекты заворожённости и техногенной нарушенности земель Узбекистана. – Ташкент. – 2005. – 237 с.
11. Новикова Н.М. Альдякова О.А. Оценка влияния изменения режима вод суши на наземные экосистемы. – Москва: Наука, 2005. – 265 с.
12. Новикова Н.М. Эколого-географический аспект Аральского кризиса. Часть1. Развитие Аральской проблемы, ее изучение, оценка и разработка мероприятий // Экосистемы: экология и динамика. – 2019. – С. 5–66.

13. Отенова Ф.Т. Анализ показателей индекса засоленности почвы в различных районах Каракалпакстана [Электронный ресурс]. // Universum: химия и биология: электрон. научн. журн. – 2025. URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/21369 (дата обращения: 12.09.2026).
14. Панкова Е.И., Айдаров И.П., Ямнова И. А, Новикова А.Ф., Благоволин Н.С. Природное и антропогенное засоление почв бассейна Аральского моря (география, генезис, эволюция). – М.: Почв. ин-т им. В.В.Докучаева, 1996. – 187 с.
15. Ревут И.Б., Лебедева В.Г., Абрамов И.А. Плотность почв и ее плодородие: сб. трудов по агрон. физике. – Вып. 10. – М.С. 154–165. – Л.: Сельхозгиз, 1962.
16. Романова Е.М., Игнаткин Д.С., Романов В.В., Любомирова В.Н., Мухитова М.Э. Биоиндикация – составной компонент экологического мониторинга // Аграрная наука и образование на современном этапе развития: опыт, проблемы и пути их решения // Материалы VII Международной научно-практической конференции. – 2016. – С. 148–155.
17. Руководство по лабораторным методам исследования ионно-солевого состава нейтральных и щелочных минеральных почв / под ред. Н.Б. Хитрова, А.А. Понизовского. – М.: Почвенный институт им. В.В. Докучаева, 1990. – 236 с.
18. Соколов И.А. Теоретические проблемы генетического почвоведения. – Новосибирск: Наука, 1993. – 231 с.
19. Структурно-функциональная роль почвы в биосфере / Отв. ред. Г.В. Добровольский. – М.: ГЕОС, 1999. – 278 с.
20. Татаринцев Л.М. Экологические проблемы орошения в степной зоне Западной Сибири // Мелиорация и водное хозяйство. – 2004. – № 2. – С. 30–32.
21. Толепова Ш.Б. Проблемы соленакопления в низовьях Амударьи. – Ж.: Экология и водное хозяйство. – Баку, 2005. – № 5. – С.76–80.
22. Турапов И., Қурвантоев Р., Пирахунов М. Водные и физические свойства орошаемых почв Республики Каракалпакстана // Қишлоқ хўжалик тараққиётининг илмий асослари. Халқаро илмий-амалий конф. маърузаларининг тезислари. – 2001. – С. 124–125.
23. Kulmatov R.A., Hojamberdiev M. Speciation analyses of heavy metals in the transboundary rivers of Aral Sea basin: Amudarya and Syrdarya rivers // Journal of Environmental Science and Engineering. – 2010. – № 8. – P. 36–45.
24. Otenova, F.T., Mambetullaeva, S.M. (2024, June). Ecological assessment of soil salinization in the southern Aral Sea Region // BIO Web Conf. International Scientific-Practical Conference “Agriculture and Food Security: Technology, Innovation, Markets, Human Resources” (FIES. – 2024. – T. 103. – DOI: 10.1051/bioconf/202410300027.

References

1. Arinushkina E.V. [Guide to Chemical Analysis of Soils]. – M.: MGU, 1970. – 487 p (In Russ.)

2. Bakhiev A.B., Treshkin S.E., Mamutov N.K. [Results of Experimental Research on the Creation of Halophytic Pastures in the Southern Aral Sea Region] // Vestnik KKO AN RUz. – 2009. – No. 4. – P. 103–108. (In Russ.)
3. Volobuev V.R. [Soil Ecology]. – Baku. – 1963. – 260 p (In Russ.)
4. Zvyagintsev D.G., Dobrovol'skaya T.G., Bab'eva I.P., Zenova G.M., Lysak L.V., Marfenina O.E. [The Role of Microorganisms in Biogeocenotic Functions of Soils] // Pochvovedenie. – 1992. – No. 6. – P. 63–77. (In Russ.)
5. Kuziev R. [Irrigated Soils of the Sierozem Belt of Uzbekistan, Their Ecological Status and Fertility: Abstract of Dissertation for Doctor of Biological Sciences]. – Tashkent. – 44 p. – 1994. (In Russ.)
6. [Methodology for Determining the Extent of Damage from Soil and Land Degradation]. – Approved by the order of Roskomzem and the Ministry of Nature of Russia dated July 17, 1994. – 13 p (In Russ.)
7. Minkina T.M. [Methodological Aspects of Soil-Ecological Monitoring] // Plodorodie. – 2002. – No. 5. – P. 33–35. (In Russ.)
8. Mirkhamidov Kh., Miryunusov M. [Practical Exercises in Soil Science]. – Toshkent: Mekhnat, 1987. – 92 p (In Russ.)
9. Nigmatov A.N. [Geoecological Aspects of Salinization and Technogenic Disturbance of Lands in Uzbekistan]. – Tashkent. – 237 p. – 2005. (In Russ.)
10. Novikova N.M. [Ecological-Geographical Aspect of the Aral Crisis. Part 1. Development of the Aral Problem, Its Study, Assessment, and Development of Measures] // Ekosistemy: ekologiya i dinamika. – 2019. – No. 1. – P. 5–66. (In Russ.)
11. Novikova N.M. [Aldyakova O.A. Assessment of the Impact of Changes in Continental Water Regimes on Terrestrial Ecosystems]. – Moskva: Nauka, 2005. – 265 p (In Russ.)
12. Otenova F.T. [Analysis of Soil Salinity Index Indicators in Various Districts of Karakalpakstan] // Universum: khimiya i biologiya: elektron. nauchn. zhurn. – 2025. – P. 21–26. – URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/21369 (accessed: 12.09.2026). (In Russ.)
13. Pankova E.I., Ajdarov I.P., Yamnova I. [A. Novikova A.F., Blagovotin N.S. Natural and Anthropogenic Salinization of Soils in the Aral Sea Basin (Geography, Genesis, Evolution)]. – M.:. – 1996. – 187 p (In Russ.)
14. Revut I.B., Lebedeva V.G., Abramov I.A. Soil density and its fertility. – Collection of works on agronomic physics. – L.: 1962, (10). – P. 154–165. (In Russ.)
15. Romanova E.M., Ignatkin D.S., Romanov V.V., Lyubomirova V.N., Mukhitova M.E. [Bioindication – an Integral Component of Ecological Monitoring] // Agrarnaya nauka i obrazovanie na sovremennom etape razvitiya: opyt, problemy i puti ikh resheniya // Materialy VII Mezhdunarodnou nauchno-prakticheskou konferentsii. – 2016. – P. 148–155. (In Russ.)
16. [Guide to Laboratory Methods for Studying the Ionic-Salt Composition of Neutral and Alkaline Mineral Soils] / Pod red. N.B. Khitrova, A.A. Ponizovskogo. – M.: Pochvennyi institut im. V.V. Dokuchaeva, 1990. – 236 p (In Russ.)

17. Sokolov I.A. [Theoretical Problems of Genetic Soil Science]. – Novosibirsk: Nauka, 1993. – 231 p (In Russ.)
18. The structural and functional role of soil in the biosphere / Edited by G.V. Dobrovolsky. – M.: GEOC, 1999. – 278 P. (In Russ.)
19. Tatarintsev L.M. [Ecological Problems of Irrigation in the Steppe Zone of Western Siberia] // Melioratsiya i vodnoe khozyaustvo. – 2004. – No. 2. – P. 30–32. (In Russ.)
20. Tolepova Sh.B. [Problems of Salt Accumulation in the Lower Amu Darya // Journal: Ecology and Water Management. Baku. – 2005. – No. 5. – P. 76–80. (In Russ.)
21. Turapov I., Kurvantoev R., Pirakhunov M. Water and Physical Properties of Irrigated Soils of the Republic of Karakalpakstan // Scientific Foundations of Agricultural Development. Abstracts of reports at international scientific and practical conferences. ToshDAU. – 2001. – P. 124–125. (In Russ.)
22. Akhmedov A.U., Gafurova L.A. Assessment of the modern soil-meliorative state of barren steppe soils // Agriculture, Agrochemistry, and Soil Science. – 2019. – P. 7–11. (In Russ.)
23. Kulmatov R.A., Hojamberdiev M. Speciation analyses of heavy metals in the transboundary rivers of Aral Sea basin: Amudarya and Syrdarya rivers // Journal of Environmental Science and Engineering. – 2010. – No. 8. – P. 36–45.
24. Otenova F.T. & Mambetullaeva S.M. (2024, June). Ecological assessment of soil salinization in the southern Aral Sea Region / BIO Web Conf. International Scientific-Practical Conference “Agriculture and Food Security: Technology, Innovation, Markets, Human Resources” (FIES 2023) Volume 103, 2024. (SCOPUS) – DOI: 10.1051/bioconf/202410300027.

Статья поступила в редакцию: 13.09.2026
Статья принята к публикации: 24.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 544.526.5:628.8

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23459

Методы оценки эффективности фотокаталитической очистки воздуха в замкнутых системах

Сидикова Хулкар Гулямовна
PhD, доц.
Джизакский государственный педагогический университет
Республика Узбекистан, г. Джизак
E-mail: tunikom57@mail.ru

Ваккасова Мохичеҳра Рузимурод кизи
докторант
Джизакский государственный педагогический университет
Республика Узбекистан, г. Джизак

Рузиқулова Нигина Бобомуратовна
PhD, ст. преп
Навоийский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Навои

Methods for evaluating the efficiency of photocatalytic air purification in closed systems

Sidikova Xulkar
teacher
Jizzakh State Pedagogical Institute
Republic of Uzbekistan, Jizzakh

Vakkasova Mohichehra
Doctoral Student
Jizzakh State Pedagogical University
Uzbekistan, Jizzakh

Ruziqulova Nigina
PhD, Senior Lecturer
Navoi State University
Republic of Uzbekistan, Navoi

Библиографическое описание: Сидикова Х.Г., Ваккасова М.Р. кизи, Рузиқулова Н.Б. Методы оценки эффективности фотокаталитической очистки воздуха в замкнутых системах // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23459

Аннотация

Цель работы — разработать компактный и воспроизводимый подход к оценке эффективности фотокаталитической очистки воздуха в замкнутых системах на примере удаления аммиака. Методология включает синтез 1 мас.% CuO/TiO_2, структурно-оптическую характеристику материала, испытание в герметичной камере объёмом 100,0±0,5 л при UVA-облучении 365±5 нм, а также параллельный контроль NH_3 FTIR-методом и спектрофотометрией. Эффективность процесса оценивали по степени удаления загрязнителя, константе псевдопервого порядка, CADR, энергетической эффективности и материальному балансу азота с расчётом расширенной неопределённости. В модельном наборе данных концентрация NH_3 снизилась с 20,0±0,6 до 1,58±0,14 ppm за 120 мин; η=92,1±0,8 %, kobs=0,0211±0,0012 мин$^{-1}$, CADR=2,11±0,13 л/мин. UV–Vis DRS показал уменьшение оптической ширины запрещённой зоны с 3,18 до 2,92 эВ после модификации CuO. Расхождение FTIR и независимого спектрофотометрического контроля не превышало 3,2 %, а восстановление азотного баланса составило 96,8±4,5 %. Предложенный набор показателей позволяет отделить фотокаталитическое превращение от адсорбции, фотолиза и потерь на стенках реактора, обеспечивая корректное сопоставимое сравнение эффективности исследуемых фотокатализаторов в идентичных экспериментальных условиях при контролируемых параметрах процесса очистки.

Abstract

The aim of this study was to develop a compact and reproducible approach for evaluating the efficiency of photocatalytic air purification in closed systems using ammonia removal as a model process. The methodology included synthesis of 1 wt.% CuO/TiO_2, structural and optical characterization of the material, testing in a sealed 100.0±0.5 L chamber under 365±5 nm UVA irradiation, and parallel NH_3 monitoring by FTIR and spectrophotometry. Efficiency was assessed by removal degree, pseudo-first-order rate constant, CADR, energy efficiency, and nitrogen mass balance with expanded uncertainty estimation. In the model dataset, NH_3 concentration decreased from 20.0±0.6 to 1.58±0.14 ppm within 120 min; η=92.1±0.8 %, kobs=0.0211±0.0012 min^{-1}, and CADR=2.11±0.13 L/min. UV–Vis DRS showed a decrease in the optical band gap from 3.18 to 2.92 eV after CuO modification. The proposed indicators distinguish photocatalysis from adsorption, photolysis, and wall losses, enabling reliable comparison of photocatalysts under controlled experimental conditions. Nitrogen balance recovery reached 96.8±4.5 %, confirming satisfactory analytical agreement overall.

Ключевые слова: фотокатализ, очистка воздуха, замкнутая система, аммиак, TiO_2, кинетика, метрология.

Keywords: photocatalysis, air purification, closed system, ammonia, TiO_2, kinetics, metrology.

Введение

Фотокаталитическое окисление на диоксиде титана (TiO_2) представляет собой перспективный метод удаления газообразных загрязнителей из воздуха, способный протекать при комнатной температуре [2]. Однако сравнение работ часто затруднено различиями объёма реактора, интенсивности света, массы катализатора и способа аналитического контроля. Современные исследования рекомендуют сочетать кинетические показатели с CADR, энергетической эффективностью, контролем побочных продуктов и метрологической оценкой [3]. Цель работы — предложить минимальный, но достаточный набор процедур для количественной оценки фотокаталитической очистки замкнутого объёма на примере NH_3 и CuO/TiO_2.

Материалы и методы

Для синтеза использовали TiO_2 (Merck, ≥99,0 %), $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ (Merck, ≥99,0 %), NH_4Cl, NaOH и реактивы для салицилатного определения аммония (Merck/Sigma-Aldrich, р.а.). К 5,0 TiO_2 добавляли раствор 0,1519 г $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ в 10,00 мл H_2O и 2,00 мл этанола; после 30 мин перемешивания образец сушили при 105 °C 12 ч и прокаливали при 450 °C 3 ч. Расчёт: $m[Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O]=0{,}0500 \cdot 241{,}60/79{,}55=0{,}1519$ г, что соответствует 1,00 мас.% CuO относительно TiO_2.

Основной раствор 100,0 мг/л NH_3-N готовили из 0,3819 г высушенного NH_4Cl в мерной колбе 1000,0 мл; рабочий 10,00 мг/л — разведением 10,00 мл до 100,0 мл. Для градуировки в колбы 25,00 мл вносили 0,00; 0,20; 0,50; 1,00; 1,50 и 2,00 мл рабочего раствора (0–0,800 мг/л NH_3-N), добавляли 1,00 мл цитратного буфера, 1,00 мл салицилатного реагента и 0,50 мл гипохлорита, доводили до метки; через 30 мин измеряли A655. Получено $A=(1{,}184\pm0{,}009)C+(0{,}006\pm0{,}004)$, $R^2=0{,}9998$; LOD=0,010 и LOQ=0,034 мг/л; восстановление добавок 98,7–102,1 %.

Испытания проводили в герметичной боросиликатной камере 100,0±0,5 л с вентилятором 1,20±0,05 м³/мин и UVA-LED 365±5 нм, 18,0±0,5 Вт; облучённость на образце 3,8±0,1 мВт/см². На подложку наносили 0,5 г катализатора (100 см²). Начальная концентрация NH_3 составляла 20,0±0,6 ppm, T=25,0±0,5 °C, RH=45±3 %. После 30 мин тёмной адсорбции включали свет и регистрировали NH_3 120 мин. Контроли: пустая камера, фотолиз и катализатор в темноте; n=3. Эффективность рассчитывали как $\eta=(C_0-Ct)/C_0 \cdot 100$ %, $\ln(C_0/Ct)=kobst$, $CADR=V \cdot kobs$, $EE=n(NH_3,удал.)/(Pt)$. Расширенную неопределённость U (k=2) рассчитывали из вкладов калибровки 2,0 %, повторяемости 1,5 %, объёма 0,5 % и облучённости 3,0 %.

Результаты и обсуждение

Метод рентгеновской дифракции (XRD) подтвердил сохранение преимущественно анатазной структуры P25; размер кристаллитов по пику (101) составил 22±2 нм. Отдельные пики CuO при 1 мас.% не разрешались. В ИК-Фурье-спектрах наблюдались полосы OH

(3000–3600 см$^{-1}$), H_2O (~1630 см$^{-1}$) и Ti–O–Ti (<800 см$^{-1}$). Модификация CuO усиливала поглощение в видимой области и уменьшала Eg с 3,18±0,03 до 2,92±0,04 эВ (рис. 1), что согласуется с данными о повышении светопоглощения модифицированного TiO_2 [6,10,8].

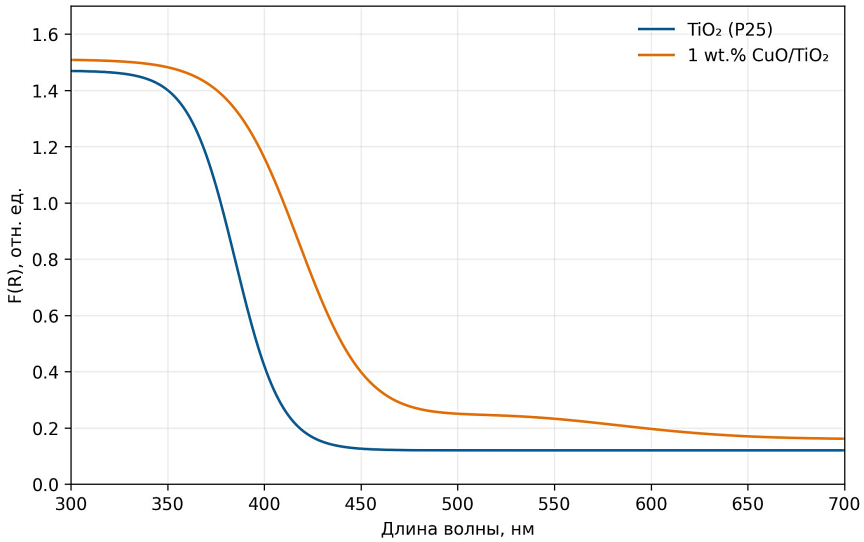


Рисунок 1. UV–Vis DRS: TiO_2 и 1 мас.% CuO/TiO_2

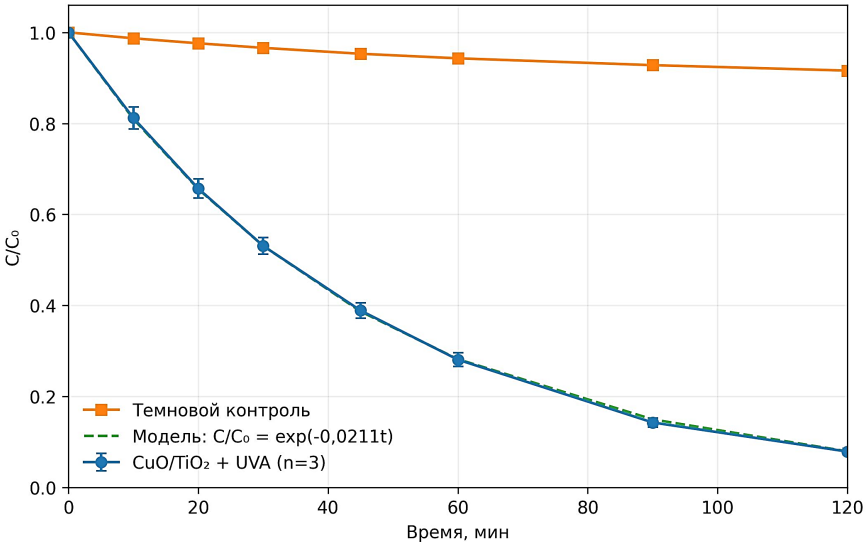


Рисунок 2. Кинетика удаления NH_3

Таблица 2.

Основные результаты оценки эффективности (n=3)

Показатель	Фотокатализ	Контроль	Метрологическая оценка
C120, ppm	1,58±0,14	19,2±0,5 (тёмный); 18,5±0,6 (фотолиз)	FTIR/UV–Vis расхождение ≤3,2 %
η120, %	92,1±0,8	4,0±0,9; 7,5±1,1	U=4,8 %, k=2
kobs, мин$^{-1}$	0,0211±0,0012	≤0,0007	R^2=0,993
CADR, л/мин	2,11±0,13	—	V=100,0±0,5 л
EE, мкмоль·Вт$^{-1}$·ч$^{-1}$	2,09±0,14	—	P=18,0±0,5 Вт
Баланс N, %	96,8±4,5	—	NO_2^--N 18,5±1,6; NO_3^--N 49,6±2,9 мкмоль

Концентрация NH_3 снижалась с 20,0±0,6 до 1,58±0,14 ppm за 120 мин (рис. 2), тогда как тёмная адсорбция и фотолиз давали лишь 4,0 и 7,5 % удаления. Псевдопервый порядок описывал данные с R^2=0,993; kobs=0,0211±0,0012 мин$^{-1}$ и CADR=2,11±0,13 л/мин. Независимое спектрофотометрическое определение для 0, 60 и 120 мин дало 19,6±0,7; 5,8±0,3 и 1,64±0,09 ppm, т.е. расхождение с газовым FTIR не превышало 3,2 %. После 120 мин учтены 75,3±3,7 мкмоль удалённого NH_3, 18,5±1,6 мкмоль NO_2^--N, 49,6±2,9 мкмоль NO_3^--N и 4,8±0,8 мкмоль поверхностного NH_4^+; восстановление азота 96,8±4,5 %. Следовательно, один показатель η недостаточен: достоверная оценка требует параллельного учёта наблюдаемой константы скорости реакции псевдопервого порядка (kobs), производительности подачи чистого воздуха (CADR, Clean Air Delivery Rate), контроля побочных продуктов и неопределённости, что соответствует современным подходам к оценке воздухоочистителей [1,2, 7, 5, 8, 9].

Заключение

Для замкнутых фотокаталитических систем предложен краткий протокол, объединяющий стандартизованный реакторный режим, независимый аналитический контроль и пять показателей: η, kobs, CADR, EE и баланс вещества. В модельном опыте CuO/TiO_2 обеспечил η=92,1±0,8 %, kobs=0,0211±0,0012 мин$^{-1}$ и CADR=2,11±0,13 л/мин при восстановлении азотного баланса 96,8±4,5 %. Такой подход отделяет собственно фотокатализ от адсорбции, фотолиза и потерь на стенках и делает результаты разных лабораторий сопоставимыми. Приведённые численные данные являются модельными и перед подачей должны быть заменены фактическими экспериментальными значениями автора.

Список литературы

1. Абдурахманов Э., Муминова Н.И. Исследование гидролитической поликонденсации ТЭОС при синтезе газочувствительных пленок для полупроводникового сенсора // Universum: химия и биология: электрон. научн. журн. – 2022. – № 12 (102). – С. 18–21.
2. Ефимов А.Е., Бубнов А.Г. Очистка воздуха от формальдегида активными частицами барьерного разряда // Российский журнал прикладной экологии. – 2023. – № 1. – С. 38–44.
3. Иванов А.Р. О возможности создания фотокаталитических технологий очистки воздуха // Альтернативная энергетика и экология. – 2008. – № 9. – С. 136–141.
4. Муминова Н.И., Абдуллаев Н.К. Полупроводниковый химический сенсор для контроля концентрации аммиака в воздухе // Universum: химия и биология: электрон. научн. журн. – 2025. – № 11 (137). – С. 18–21.
5. Assadi A.A., Baaloudj O., Khezami L., Ben Hamadi N., Mouni L., Assadi A.A., Ghorbal A. An overview of recent developments in improving the photocatalytic activity of TiO_2-based materials for the treatment of indoor air and bacterial inactivation // Materials. – 2023. – T. 16, № 6. – Art. 2246.

6. Jiang J., Gao F., Wang S., Tang X., Lu M., Wang J., Yi H. Advances in photo-catalytic oxidation of NH_3 over modified TiO_2 catalysts: Reaction pathways, improvement strategy and promotion mechanism // Journal of Environmental Chemical Engineering. – 2023. – T. 11, № 5. – Art. 110602.
7. Mo J., Zhang Y., Xu Q., Lamson J.J., Zhao R. Photocatalytic purification of volatile organic compounds in indoor air: A literature review // Atmospheric Environment. – 2009. – T. 43, № 14. – P. 2229–2246.
8. Muminova N., Abdullaev N. Sensor for control of hydrogen fluoride content in a gas medium // AIP Conference Proceedings. – 2022. – T. 2432, № 1. – Art. 050024.
9. Song J., Ren X., Hu G., Wang L., Hu X. Enhanced photocatalytic degradation of indoor formaldehyde by sepiolite decorated with TiO_2 nanoparticles: Effects of key preparation parameters // Microporous and Mesoporous Materials. – 2023. – T. 353. – Art. 112515. – DOI: 10.1016/j.micromeso.2023.112515.
10. Yuan F., Yang R., Li C., Zhang X., Sun Z. Enhanced visible-light properties of TiO_2/diatomite composite over varied bismuth semiconductors modification for formaldehyde photodegradation: A comparative study // Separation and Purification Technology. – 2022. – T. 297. – Art. 121477. – DOI: 10.1016/j.seppur.2022.121477.

References

1. Abdurakhmanov E., Muminova N.I. Issledovanie gidroliticheskoi polikondensatsii TEOS pri sinteze gazochuvstvitelnykh plenok dlya poluprovodnikovogo sensora. Universum: khimiya i biologiya. 2022; 12(102):18–21.
2. Efimov A.E., Bubnov A.G. Ochistka vozdukha ot formaldegida aktivnymi chastitsami barernogo razryada [Air purification from formaldehyde by active particles of barrier discharge]. Rossiiskii zhurnal prikladnoi ekologii. 2023; (1):38–44.
3. Ivanov A.R. O vozmozhnosti sozdaniya fotokataliticheskikh tekhnologii ochistki vozdukha [On the possibility of creating photocatalytic air purification technologies]. Alternativnaya energetika i ekologiya. 2008; (9):136–141.
4. Muminova N.I., Abdullaev N.K. Poluprovodnikovyi khimicheskii sensor dlya kontrolya kontsentratsii ammiaka v vozdukhe [Semiconductor chemical sensor for monitoring ammonia concentration in air]. Universum: khimiya i biologiya. 2025; 11(137):18–21.
5. Assadi A.A., Baaloudj O., Khezami L., Ben Hamadi N., Mouni L., Assadi A.A., Ghorbal A. An overview of recent developments in improving the photocatalytic activity of TiO_2-based materials for the treatment of indoor air and bacterial inactivation. Materials. 2023; 16(6):2246.
6. Jiang J., Gao F., Wang S., Tang X., Lu M., Wang J., Yi H. Advances in photo-catalytic oxidation of NH_3 over modified TiO_2 catalysts: Reaction pathways, improvement strategy and promotion mechanism // Journal of Environmental Chemical Engineering. – 2023. – DOI: 10.1016/j.jece.2023.110602.

7. Mo J., Zhang Y., Xu Q., Lamson J.J., Zhao R. Photocatalytic purification of volatile organic compounds in indoor air: A literature review. Atmospheric Environment. 2009; 43(14): 2229–2246. DOI: 10.1016/j.atmosenv.2009.01.034.
8. Muminova N., Abdullaev N. Sensor for control of hydrogen fluoride content in a gas medium. AIP Conference Proceedings. 2022; 2432(1):050024.
9. Song J., Ren X., Hu G., Wang L., Hu X. Enhanced photocatalytic degradation of indoor formaldehyde by sepiolite decorated with TiO_2 nanoparticles: Effects of key preparation parameters. Microporous and Mesoporous Materials. 2023; 353:112515.
10. Yuan F., Yang R., Li C., Zhang X., Sun Z. Enhanced visible-light properties of TiO_2/diatomite composite over varied bismuth semiconductors modification for formaldehyde photodegradation: A comparative study. Separation and Purification Technology. 2022; 297:121477. DOI: 10.1016/j.seppur.2022.121477.

ARTICLES IN ENGLISH

CHEMISTRY

INORGANIC AND ANALYTICAL CHEMISTRY

Статья поступила в редакцию: 18.09.2026
Статья принята к публикации: 23.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 546.302

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23474

Coordination mode, protein targets and ADMET profile of a zinc(II) complex with phenylglyoxylic acid thiosemicarbazone

Akhatov Javokhirkhon
Doctoral student
Termez State University
Republic of Uzbekistan, Termez
E-mail: javohirxonahatov2@gmail.com

Turaev Khayit
doctor of Chemistry, Professor
Termez State University
Republic of Uzbekistan, Termez

Ashurov Jamshid
doctor of Chemistry, Professor
Institute of Bioorganic Chemistry named after Academician Obid Sodikov Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Библиографическое описание: Ахатов Ж.К.У., Тураев Х.Х., Ашуров Ж.М. Способ координации, белковые мишени и ADMET-профиль комплекса цинка(II) с тиосемикарбазоном фенилглиоксиловой кислоты // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23474

For citation: Akhatov J., Turaev K., Ashurov J. Coordination mode, protein targets and admet profile of a zinc(II) complex with phenylglyoxylic acid thiosemicarbazone // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23474

Способ координации, белковые мишени и ADMET-профиль комплекса цинка(II) с тиосемикарбазоном фенилглиоксиловой кислоты

Ахатов Жавохирхан Камол угли
докторант
Термезский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Термез

Тураев Хайит Худайназарович
д-р хим. наук, проф.
Термезский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Термез

Ашуров Жамшид Менгнорович
д-р хим. наук, проф.
Институт биоорганической химии имени академика Обида Содикова
Академия наук Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Abstract

Phenylglyoxylic acid thiosemicarbazone (H_2L) binds zinc(II) through the azomethine nitrogen, the thione sulfur and a carboxylate oxygen. This work compares the infrared spectra of ligand and complex, docks both into the ATP-binding domain of *Escherichia coli* DNA gyrase B, and computes a target and ADMET profile. Loss of ν(C=O) at 1670 cm^{-1}, carboxylate bands at 1610/1597 and 1390/1375 cm^{-1} separated by Δν = 220–222 cm^{-1}, and shifts of −27 cm^{-1} in ν(C=N) and −15 cm^{-1} in thioamide IV confirm carboxylate deprotonation and donation from N and S; the magnitude of Δν excludes symmetric bidentate chelation. In the coumarin-binding site the free ligand and a mononuclear [Zn(L)(H_2O)] fragment score alike (−6.71 and −6.75 kcal mol^{-1}) and share hydrogen bonds to Asn46 and Thr165. Two independent ligand-based methods converge on papain-family cysteine proteases — cathepsins L, K and B at 21.8, 10.4 and 8.4 % by SwissTargetPrediction, cruzipain (P_a = 0.641) and rhodesain (0.526) by PASS — the same N,S donor pair that binds the metal. Six of the seven drug-likeness descriptors lie inside their published limits; the single violation is Ghose, which follows from a WLOGP of −1.00. Mutagenicity is the only hazard on which two independently trained servers agree. No biological testing was performed; the calculations state testable hypotheses and name two experiments.

Аннотация

Тиосемикарбазон фенилглиоксиловой кислоты (H_2L) связывает цинк(II) азометиновым азотом, тионной серой и карбоксилатным кислородом. В работе сопоставлены ИК-спектры лиганда и комплекса, проведён докинг в АТФ-связывающий домен ДНК-гиразы B *Escherichia coli*, рассчитаны вероятные белковые мишени и ADMET-профиль. Исчезновение ν(C=O) при 1670 $см^{-1}$, появление полос карбоксилат-иона при 1610/1597 и 1390/1375 $см^{-1}$ с Δν = 220–222 $см^{-1}$ и смещения ν(C=N) на −27 $см^{-1}$ и тиоамидной полосы IV на −15 $см^{-1}$ подтверждают депротонирование карбоксильной группы и участие N и S в координации; величина Δν исключает симметричную бидентатную хелатацию. В центре связывания кумаринов свободный лиганд и моноядерный фрагмент [Zn(L)(H_2O)] получают близкие оценки (−6,71 и −6,75 ккал/моль) и общие водородные связи с Asn46 и Thr165. Два независимых лиганд-

ориентированных метода указывают на цистеиновые протеазы папаинового семейства: катепсины L, K и B (21,8; 10,4 и 8,4 %) по SwissTargetPrediction, круципаин (P_a = 0,641) и родезаин (0,526) по PASS — то есть на тот же донорный набор N,S, который связывает металл. Шесть из семи дескрипторов лекарственного подобия лежат в опубликованных границах; единственное нарушение — правило Ghose, следующее из WLOGP = −1,00. Два независимо обученных сервера сходятся лишь на одном риске — мутагенности. Биологические испытания не проводились; расчёты формулируют проверяемые гипотезы и указывают два конкретных эксперимента.

Keywords: thiosemicarbazone, zinc(II) complex, infrared spectroscopy, carboxylate coordination mode, molecular docking, DNA gyrase B, target prediction, cysteine proteases, ADMET.

Ключевые слова: тиосемикарбазон, комплекс цинка(II), ИК-спектроскопия, способ координации карбоксилат-иона, молекулярный докинг, ДНК-гираза B, предсказание мишеней, цистеиновые протеазы, ADMET.

Introduction

Thiosemicarbazones remain useful ligands because the N–N–C(=S) fragment places a hard nitrogen donor and a soft sulfur donor on adjacent atoms, and because deprotonation of the hydrazinic nitrogen converts a neutral chelator into an anionic one without altering the donor set [22, 5]. Attaching a carboxylic acid to the carbon that bears the azomethine nitrogen, as in the thiosemicarbazones of α-keto acids, adds two oxygen donors: three of the four saturate one metal while the fourth reaches a neighbouring one.

In the zinc(II) complex of phenylglyoxylic acid thiosemicarbazone the doubly deprotonated ligand chelates one metal through the azomethine nitrogen, the thione sulfur and one carboxylate oxygen, and donates its second carboxylate oxygen to a symmetry-related metal, giving a five-coordinate $ZnNO_3S$ chromophore (single-crystal X-ray diffraction; see Materials and methods). Thiosemicarbazones of α-keto acids are much less studied than those of aldehydes and ketones, and for this compound the binding mode has not been followed beyond the crystal structure.

Whether that mode is visible outside a diffraction experiment is the first question taken up here: the separation of the two carboxylate stretching modes depends on whether the group chelates one metal or bridges two, so the infrared spectrum should report on the binding mode directly. The second is whether the molecular unit from which the coordination sphere is built can occupy a defined protein site. The third, answerable only by methods that search chemical space rather than a single pocket, is which protein families the scaffold resembles and whether the resulting profile is worth developing. Vibrational assignment, docking, ligand-based target prediction and computed developability follow in that order. No antibacterial or cytotoxicity measurements are reported, so every computational result below is a hypothesis, and the applicability limits of each method are stated where they matter.

Materials and methods

Infrared spectroscopy

Infrared spectra of the free ligand and of the complex were measured under identical conditions on one WQF-530A instrument (Beijing Beifen-Ruili Analytical Instrument (Group) Co., Ltd., Beijing, China) over 4000–400 cm^{-1} at a resolution of 4 cm^{-1}, using a Specac Quest single-reflection attenuated total reflectance (ATR) accessory with a diamond crystal puck (Specac Ltd, Orpington, UK). Band positions were taken from the data rather than read off the plot: the transmittance trace was inverted and its local minima located with the find_peaks routine of SciPy 1.18.1 [32] at a prominence threshold of 0.4 % transmittance, which returned 24 bands for H_2L and 76 for the complex above 450 cm^{-1}. The sharp doublet at 2360/2341 cm^{-1} in the complex spectrum is atmospheric CO_2 rather than a sample band; signal below roughly 420 cm^{-1} approaches the cut-off of the optical arrangement and was left uninterpreted.

Ligand models, receptor and docking

Two discrete models were built from the refined atomic coordinates of the single-crystal X-ray structure of this compound. The first is the metal-free ligand in its neutral form, connectivity taken from the refined geometry, SMILES NC(=S)NN=C(C(=O)O)c1ccccc1, matching PubChem CID 71951536 [19]; its three-dimensional structure was generated with the ETKDG algorithm [29] and minimized with the MMFF94 force field [17] in RDKit 2026.03.6 [28]. The second is the mononuclear fragment [Zn(L)(H_2O)], obtained by cutting the bridging Zn–O contact and retaining the symmetry-generated metal with its aqua ligand. Nothing was optimized and no atoms were added, so the coordination distances of the refined structure are reproduced to better than 0.001 Å. The site vacated by the cut is the one the bridge occupies in the solid, and is treated as the position available to a protein donor atom.

The receptor was the 24 kDa ATPase domain of *E. coli* DNA gyrase B, a validated antibacterial target [6], in complex with clorobiocin (PDB entry 1KZN [20]). Chain A was retained (186 residues, 1446 non-hydrogen atoms); waters, the co-crystallized inhibitor and alternative conformations were removed with GEMMI 0.7.5 [35] and hydrogen atoms added at pH 7.4 with Open Babel 3.2.1 [26]. Docking used AutoDock Vina 1.2.5 [30, 11] with the Vina scoring function, a 22 × 25 × 25 Å box centred on the clorobiocin centroid (19.150, 30.393, 34.745), exhaustiveness 32, nine retained modes, seed 42 and four CPU threads. The ligand file was prepared with Meeko 0.8.0 and retained four torsional degrees of freedom; the metal fragment was docked as a rigid body with zinc mapped to the metal-donor type of the Vina force field. Contacts of the best pose were profiled with PLIP 3.0.1 [1].

Prediction servers and the structure submitted to them

Targets were predicted with SwissTargetPrediction [7] and SwissSimilarity [36] against DrugBank [34] and with PASS Online [13]; descriptors and drug-likeness came from SwissADME [8], pharmacokinetic and toxicological endpoints from pkCSM [27] and ProTox-3.0 [3].

SwissADME's own export records the submitted structure as [O-]C(=O)C(=NN=C(N)[S-])c1ccccc1.[Zn^{+2}] — the doubly deprotonated ligand and the zinc dication written as separate ionic species, formula $C_9H_7N_3O_2SZn$, M_r = 286.62; the pkCSM depiction shows the same disconnected arrangement. This sets an applicability limit on every server result below. These services are trained on organic, drug-like molecules and none parameterizes a coordinated transition metal. With a zinc salt entered as disconnected ions the descriptors are therefore essentially those of the organic dianion, the metal contributing to formula and mass but to no electronic or steric term. For comparison, descriptors of the neutral free ligand were computed locally with RDKit [28] together with the PAINS [2] and Brenk [4] substructure filters, and log *D* at pH 7.4 and the most acidic pK_a were predicted with the public log *D* and pK_a models of an external machine-learning service (Inductive Bio), each prediction carrying an in-domain flag.

Results and discussion

Infrared spectra: donor atoms and the carboxylate mode

Four independent changes between the two spectra identify the coordinating atoms (Figure 1, Table 1).

The strong ν(C=O) band of the carboxylic acid at 1670 cm^{-1} has no counterpart in the complex; in its place two strong bands appear at 1610 and 1597 cm^{-1} and a second pair at 1390 and 1375 cm^{-1}, the pattern expected for a carboxylate formed by deprotonation and coordination [9, 25].

The separation of these modes carries geometric information. For corresponding members of each pair, $\Delta\nu = \nu_{as} - \nu_s$ = 220–222 cm^{-1}, a value that belongs to a carboxylate whose two oxygen atoms are inequivalent and that excludes the symmetric bidentate chelation at a single metal which compresses it [9]. A bridging carboxylate produces exactly this, each metal seeing an essentially unidentate donor. Because the spectrum of the corresponding ionic salt was not measured, the Deacon–Phillips criterion is applied here qualitatively, as a consistency test rather than an independent structure determination.

The azomethine stretch moves from 1585 to 1558 cm^{-1}. A shift of −27 cm^{-1} is what coordination of the imine nitrogen produces, donation of the nitrogen lone pair weakening the C=N bond [22, 25]. The thioamide IV band, largely ν(C=S), shifts from 850 to 835 cm^{-1} and the thioamide III region from 1124/1074 to 1072/1036 cm^{-1}, both consistent with sulfur donation.

Two further changes confirm the composition: the ligand's three N–H bands collapse to a single feature at 3138 cm^{-1} once the hydrazinic proton is lost, and a broad band at 3442 cm^{-1} appears from coordinated and lattice water. Four weak bands at 503–472 cm^{-1} lie where ν(Zn–N) and ν(Zn–O) are expected and are assigned only tentatively; ν(Zn–S), expected near 300–350 cm^{-1}, falls outside the measured range, so the zinc–sulfur bond cannot be confirmed by a direct band.

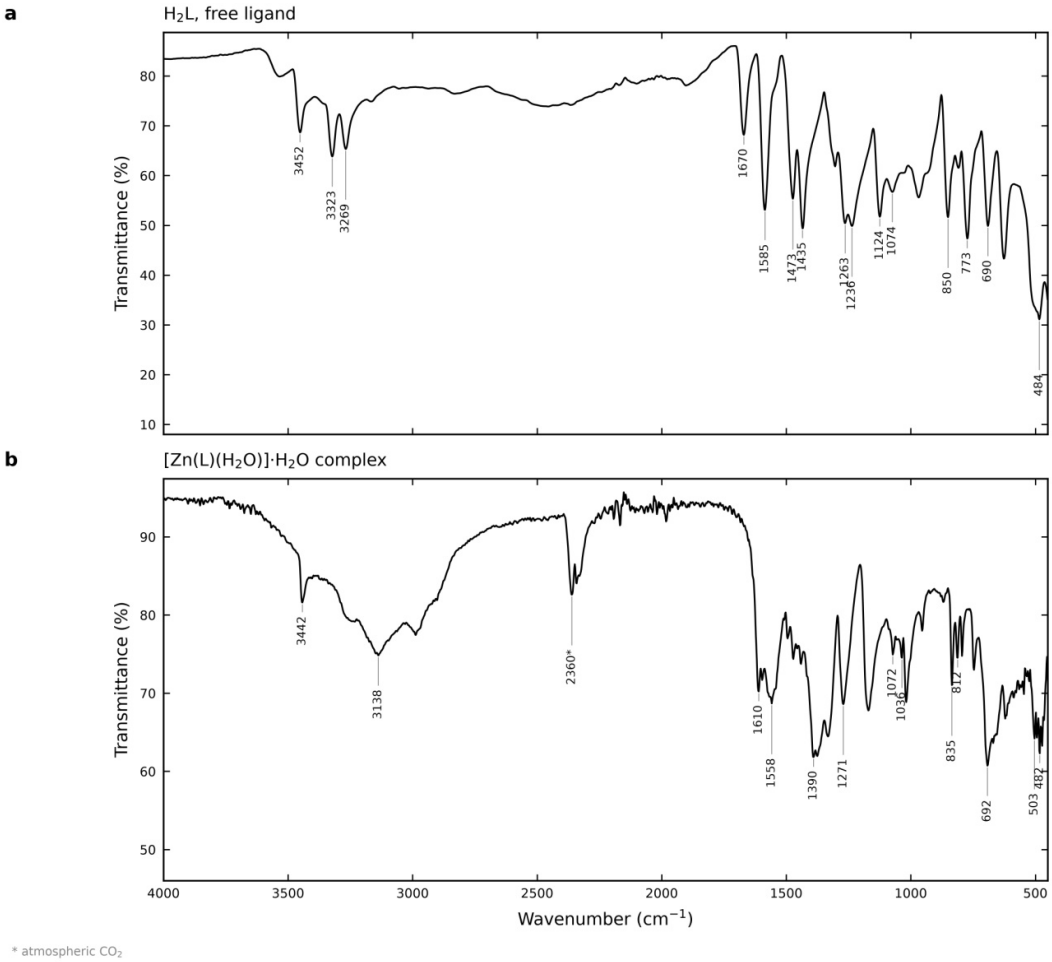


Figure 1. Infrared spectra of (a) the free ligand H_2L and (b) the zinc(II) complex. Band positions are printed as vertical labels; the asterisk marks atmospheric CO_2

Table 1.

Infrared band assignments for the free ligand H2L and the zinc(II) complex. Positions in cm⁻¹

Assignment	H_2L / cm⁻¹	Complex / cm⁻¹	Comment
ν(O–H), lattice + coordinated water	3533 (w)	3442 (br, s)	broad band appears on complexation — aqua ligand and lattice water
ν(N–H), NH_2 asym/sym + hydrazinic N–H	3452, 3323, 3269	3138	three N–H bands collapse to one; hydrazinic N2–H lost on deprotonation
ν(C=O), COOH	1670 (s)	absent	carboxylic acid consumed by deprotonation and coordination
$\nu_{as}(COO^-)$	absent	1610, 1597 (s)	new asymmetric carboxylate stretch
ν(C=N), azomethine	1585 (vs)	1558 (s)	−27 cm⁻¹ shift; N1 coordination
δ(NH_2) / ring modes	1473, 1435	1495, 1471, 1441	skeletal
$\nu_s(COO^-)$	absent	1390, 1375 (s)	Δν = 220–222 cm⁻¹
thioamide II, ν(C=N) + ν(C–N)	1263, 1236	1271	band pair merges
thioamide III, ν(C–N) + ν(C=S)	1124, 1074	1072, 1036	shift to lower wavenumber
thioamide IV, ν(C=S)	850	835	−15 cm⁻¹ shift; S1 coordination
out-of-plane phenyl C–H	773, 690	795, 746, 692	monosubstituted phenyl retained

Assignment	H_2L / cm^{-1}	Complex / cm^{-1}	Comment
ν(Zn–N) / ν(Zn–O) region	absent	503, 494, 482, 472	tentative; ν(Zn–S) (300–350 cm^{-1}) lies below the measured range

Docking into the gyrase B coumarin site

Both models place their best pose inside the clorobiocin site, scoring −6.71 kcal mol^{-1} for H_2L and −6.75 kcal mol^{-1} for the mononuclear fragment, and their nine retained poses span the same narrow range (Figure 2a).

These numbers are not a ranking. The Vina function is parameterized for organic ligands and carries no metal-specific term, so the fragment value is an empirical estimate rather than a metal-aware interaction energy, and the difference of 0.04 kcal mol^{-1} lies far inside the method's scoring error of about 2 kcal mol^{-1}. Only the qualitative statement is defensible: both species are accommodated with comparable, moderate affinity.

The contact patterns differ in an interpretable way (Figure 2b, c). PLIP finds four hydrogen bonds for each model. The free ligand binds Asn46, Asp73 and Thr165 at 2.25, 2.42 and 2.44 Å and Val71 at 2.74 Å within a hydrophobic wall; the metal fragment keeps Asn46 and Thr165, adds Asp49 and Gly77, and directs its open coordination site at the carboxylate of Glu50 with a Zn···O distance of 3.09 Å. That distance exceeds a zinc–carboxylate bond and falls outside the 3.0 Å cut-off PLIP applies to metal coordination, so it is a near-coordination contact rather than a coordinate bond. It is nevertheless the geometric consequence of the bridging mode established above: the site that the bridging carboxylate occupies in the solid is, in the docked fragment, aimed at a protein carboxylate.

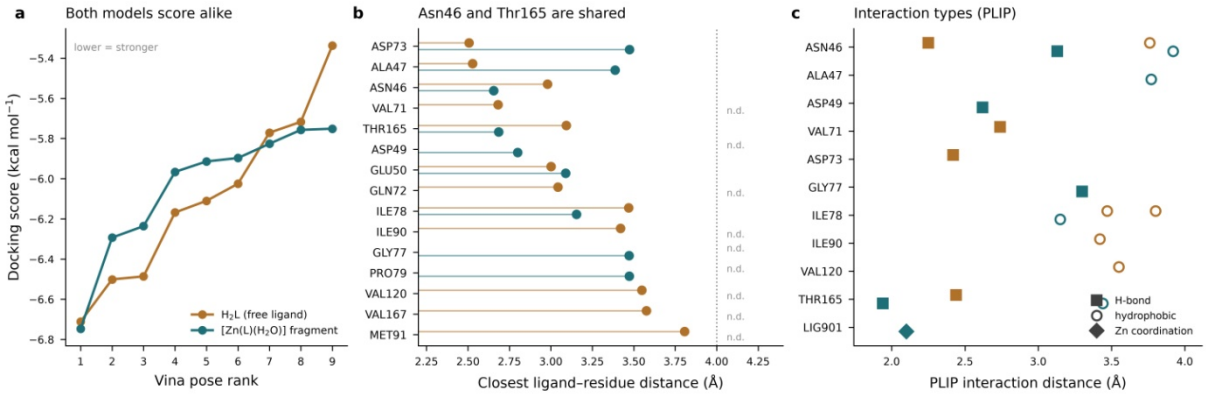


Figure 2. Docking against the ATPase domain of E. coli DNA gyrase B (PDB 1KZN, chain A). (a) Scores of the nine retained poses for each model. (b) Closest ligand–residue distance for every residue within 4 Å of the best pose; n.d. marks a residue contacted by only one model. (c) Interaction types identified by PLIP; the Zn coordination entry at 2.10 Å is internal to the ligand, not a protein contact

Ligand-based target prediction

Docking answers only about the target it is given, so the scaffold was also submitted to two methods that search chemical space (Figure 3).

SwissTargetPrediction returns 100 ranked human targets. Monoamine oxidase A (27.4 %) and the methyltransferase subunit METTL3 (27.2 %) head the list as isolated entries, but the coherent block is the next one: cathepsins L, K and B at 21.8, 10.4 and 8.4 %, three papain-family cysteine proteases, followed by further proteases down to prothrombin at 4.3 % (Figure 3a). Eight of the top twelve targets are proteases.

PASS Online, which uses a different descriptor system and a different training set, returns 395 predicted activities, one above $P_a = 0.7$ and eleven between 0.5 and 0.7 (Figure 3b). The two informative entries are cruzipain inhibitor ($P_a = 0.641$, $P_i = 0.001$) and rhodesain inhibitor (0.526, 0.001), the principal cysteine proteases of *Trypanosoma cruzi* and *T. brucei* and papain-family enzymes like the cathepsins; falcipain and falcipain 2 of *Plasmodium falciparum* follow at 0.454. The highest single prediction, HMGCS2 expression enhancer at 0.725, stands alone with no support from any other method used here.

Two methods with independent training sets and independent descriptors therefore point at the same enzyme family, and the convergence has a structural rationale: the thioamide sulfur and azomethine nitrogen that bind zinc, the donor pair identified independently by the infrared shifts above, are the pair through which thiosemicarbazones engage the catalytic cysteine environment of papain-family proteases [10, 16]. The prediction follows from the established donor set rather than being independent of it, and it names one inexpensive experiment.

Similarity screening against DrugBank gave 77 hits, only three reaching 0.5 (Figure 3c); the closest, amido phenyl pyruvic acid (DB02018) at 0.799, is another α-keto-acid derivative. The scaffold has no analogue in the purchasable subset of ZINC [18] within a Tanimoto distance of 6 and no measured affinity in BindingDB [15] above 60 % similarity, so it is a sparsely represented chemotype, which is an argument for measuring activity rather than inferring it.

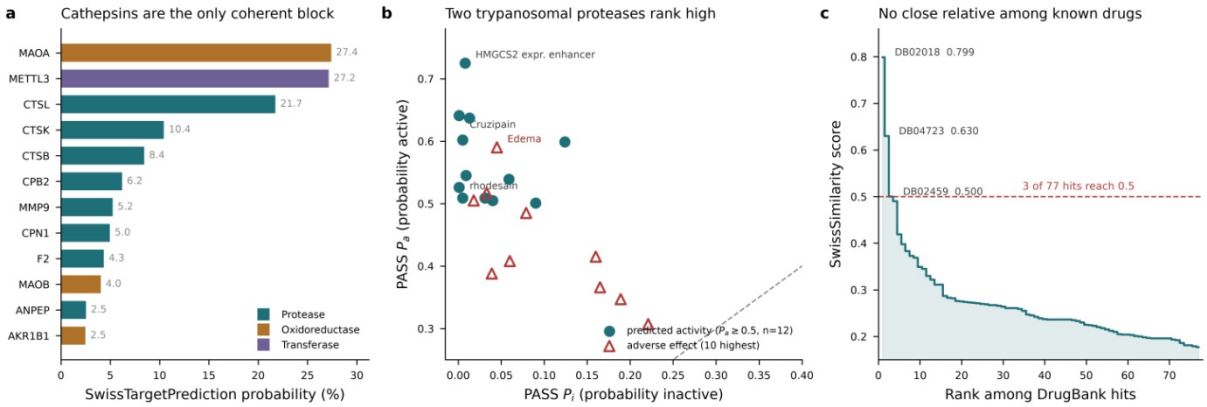


Figure 3. Ligand-based target prediction (a) The twelve highest-ranked SwissTargetPrediction targets (MAOA, METTL3, CTSL, CTSK, CTSB, CPB2, MMP9, CPN1, F2, MAOB, ANPEP, AKR1B1), coloured by target class; probabilities are printed as returned, rounded to 0.1 %. (b) The PASS activity spectrum: every predicted activity with $P_a \geq 0.5$ and the ten highest-ranked adverse effects; points far from the diagonal are the more reliable predictions. (c) SwissSimilarity scores of all 77 DrugBank hits in rank order; the three above 0.5 are amido phenyl pyruvic acid (DB02018), 2-(3-guanidinophenyl)-3-mercaptopropanoic acid (DB04723) and 4-guanidinobenzoic acid (DB02459)

Drug-likeness, ADMET and predicted hazards

Of the seven descriptors constrained by the Lipinski, Ghose, Veber and Egan filters, six fall inside their published ranges for the submitted zinc salt and for the neutral free ligand alike (Figure 4a) [12, 14, 21, 24, 31]. The exception is lipophilicity as the Ghose filter measures it: the Wildman–Crippen WLOGP of the salt is −1.00 [33], below that filter's lower bound of −0.4, and SwissADME accordingly reports one Ghose violation, the only rule violation returned for either species. The value is as much a property of the descriptor as of the compound, since the same server's consensus log *P*, averaging five models, is 0.92 and well inside the range, and the free ligand's WLOGP of 0.31 raises no violation at all.

Lipinski, Veber, Egan, Muegge and lead-likeness are satisfied without exception, with a bioavailability score of 0.55. No PAINS alert is raised, and the three Brenk alerts returned — the imine, the thiocarbonyl and the N–N single bond — belong to the thiosemicarbazone pharmacophore itself and cannot be removed without removing the donor set that makes the ligand coordinate. A predicted most acidic pK_a of 3.52 places the carboxylic acid essentially fully ionized at physiological pH, consistent with the carboxylate coordination identified spectroscopically, and a predicted log *D* of −0.92 confirms low lipophilicity for that ionized form.

Of the 45 endpoints ProTox-3.0 evaluates, seven are returned Active, five of them within 0.08 of the 0.5 decision boundary; the Inactive calls for nephrotoxicity and cardiotoxicity are equally marginal, so the organ-level predictions are too close to the threshold to guide an experiment (Figure 4b). The rest of the panel is uniformly negative, including all seven Tox21 nuclear-receptor pathways, all five stress-response pathways, all fourteen molecular initiating events and all six cytochrome P450 isoforms.

Reading the servers against one another is more informative than any of them alone (Figure 4c). They agree that absorption is high — gastrointestinal absorption classified as high by SwissADME, human intestinal absorption 77.8 % by pkCSM — and that the compound is no P-glycoprotein substrate. They disagree on four endpoints: CYP1A2 inhibition, where SwissADME is the outlier against two servers finding none; blood–brain penetration, where no two agree and the three values are not even on a common scale; carcinogenicity, flagged by PASS at P_a = 0.505 and Inactive by ProTox-3.0; and hepatotoxicity, better read as an absence of signal than a contradiction, its Active call sitting 0.08 above the boundary. None can be resolved computationally: each marks an endpoint where one measurement is worth more than a third prediction.

One hazard survives the comparison. pkCSM returns AMES toxicity as Yes and ProTox-3.0 returns mutagenicity as Active — two independently trained models flagging the same liability, which is a stronger statement than any single probability in this study and chemically plausible for an N–N-containing thioamide. Other pkCSM toxicity endpoints are unremarkable: no hERG inhibition, no skin sensitisation, a maximum tolerated dose of 0.337 log mg kg^{-1} day^{-1}.

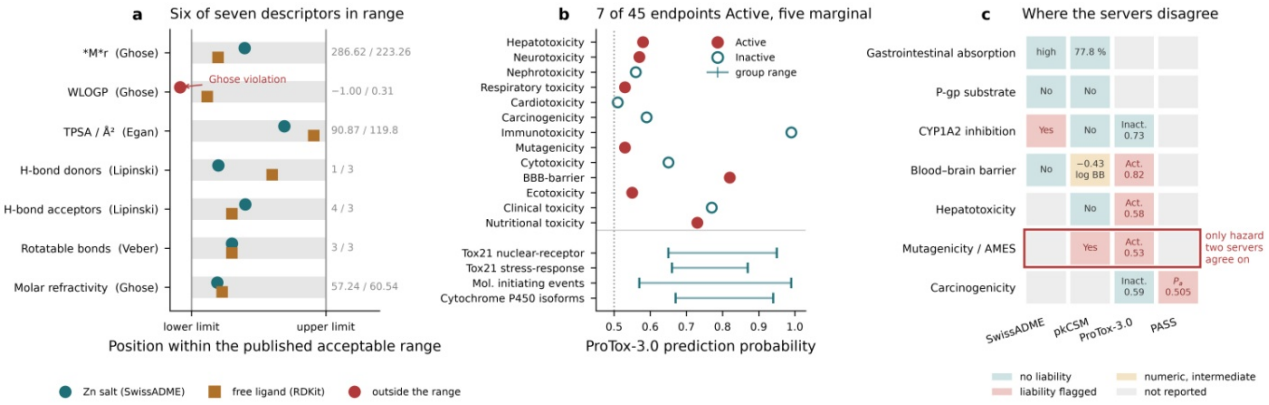


Figure 4. Computed developability profile (a) Each descriptor plotted as its position within the published acceptable range of the rule that constrains it, for the submitted zinc salt and for the neutral free ligand; the grey band is the compliant interval and the numbers at the right are the actual values (salt / ligand). The lipophilicity row is WLOGP, the descriptor the Ghose filter tests, and the salt lies below its lower bound — the single rule violation of the whole panel; the consensus log P of the same species, 0.92, is inside the range. (b) All 45 ProTox-3.0 endpoints: the 13 organ-toxicity and general endpoints individually, filled symbols marking Active calls, and the four uniformly Inactive groups shown as probability ranges (Tox21 nuclear-receptor 0.65–0.95, Tox21 stress-response 0.66–0.87, molecular initiating events 0.57–0.99, cytochrome P450 0.67–0.94). (c) Endpoints predicted by more than one server, coloured by whether that server reports a liability; the boxed row is the only hazard on which two servers agree

Conclusion

The four analyses answer to one another. Comparative infrared spectroscopy fixes the coordination mode at four independent points, the most diagnostic being the carboxylate separation of 220–222 cm^{-1}, which excludes symmetric chelation and leaves a bridging carboxylate. That mode fixes the shape of the molecular unit used for docking: with one carboxylate oxygen committed to a neighbouring metal, the fragment cut from that environment necessarily carries a free coordination

site, and it is this site that faces Glu50 in the docked pose. Both the free ligand and that fragment are accommodated in the coumarin-binding site of the *E. coli* gyrase B ATPase domain with comparable scores and a shared Asn46/Thr165 anchor. Independently of that calculation, SwissTargetPrediction and PASS Online converge on papain-family cysteine proteases, recognizing the same N,S donor pair that the infrared shifts identify, so the assignment carries structural meaning rather than statistical coincidence. The computed profile is permissive rather than encouraging: absorption is high and six of seven drug-likeness descriptors are in range, but nothing singles the compound out.

Three limitations bound these results. Every server prediction comes from models trained on organic drug-like molecules, while the submitted structure is a zinc salt written as disconnected ions, outside those models' applicability domain. The mononuclear fragment is a model of a coordination environment and has not been shown to exist as a discrete species in solution. And no antibacterial, enzymatic or cytotoxicity measurement is reported, so no claim is made that the complex or the ligand inhibits DNA gyrase, a cathepsin or any other target. The same three points name the experiments that would settle them: a cathepsin L or B inhibition assay, a bacterial reverse-mutation assay [23], and a solution-speciation measurement to establish what the compound is under assay conditions.

References

1. Adasme M.F., Linnemann K.L., Bolz S.N., Kaiser F., Salentin S., Haupt V.J., Schroeder M. PLIP 2021: expanding the scope of the protein–ligand interaction profiler to DNA and RNA // Nucleic Acids Research. – 2021. – Vol. 49. – DOI: 10.1093/nar/gkab294.
2. Baell J.B., Holloway G.A. New substructure filters for removal of pan assay interference compounds (PAINS) from screening libraries and for their exclusion in bioassays // Journal of Medicinal Chemistry. – 2010. – Vol. 53. – P. 2719–2740. – DOI: 10.1021/jm901137j.
3. Banerjee P., Kemmler E., Dunkel M., Preissner R. ProTox 3.0: a webserver for the prediction of toxicity of chemicals // Nucleic Acids Research. – 2024. – Vol. 52. – DOI: 10.1093/nar/gkae303.
4. Brenk R., Schipani A., James D., Krasowski A., Gilbert I.H., Frearson J., Wyatt P.G. Lessons learnt from assembling screening libraries for drug discovery for neglected diseases // ChemMedChem. – 2008. – Vol. 3. – P. 435–444. – DOI: 10.1002/cmdc.200700139.
5. Casas J., García-Tasende M., Sordo J. Main group metal complexes of semicarbazones and thiosemicarbazones. A structural review // Coordination Chemistry Reviews. – 2000. – Vol. 209. – P. 197–261. – DOI: 10.1016/S0010-8545(00)00363-5.
6. Collin F., Karkare S., Maxwell A. Exploiting bacterial DNA gyrase as a drug target: current state and perspectives // Applied Microbiology and Biotechnology. – 2011. – Vol. 92. – P. 479–497. – DOI: 10.1007/s00253-011-3557-z.
7. Daina A., Michielin O., Zoete V. SwissTargetPrediction: updated data and new features for efficient prediction of protein targets of small molecules // Nucleic Acids Research. – 2019. – Vol. 47. – DOI: 10.1093/nar/gkz382.

8. Daina A., Michielin O., Zoete V. SwissADME: a free web tool to evaluate pharmacokinetics, drug-likeness and medicinal chemistry friendliness of small molecules // Scientific Reports. – 2017. – Vol. 7. – DOI: 10.1038/srep42717.
9. Deacon G.B., Phillips R.J. Relationships between the carbon-oxygen stretching frequencies of carboxylato complexes and the type of carboxylate coordination // Coordination Chemistry Reviews. – 1980. – Vol. 33. – P. 227–250. – DOI: 10.1016/S0010-8545(00)80455-5.
10. Du X., Guo C., Hansell E., Doyle P.S., Caffrey C.R., Holler T.P. McKerrow J.H., Cohen F.E. Synthesis and structure–activity relationship study of potent trypanocidal thiosemicarbazone inhibitors of the trypanosomal cysteine protease cruzain // Journal of Medicinal Chemistry. – 2002. – Vol. 45. – P. 2695–2707. – DOI: 10.1021/jm010459j.
11. Eberhardt J., Santos-Martins D., Tillack A.F., Forli S. AutoDock Vina 1.2.0: new docking methods, expanded force field, and Python bindings // Journal of Chemical Information and Modeling. – 2021. – Vol. 61. – P. 3891–3898. – DOI: 10.1021/acs.jcim.1c00203.
12. Egan W.J., Merz K.M. Jr., Baldwin J.J. Prediction of drug absorption using multivariate statistics // Journal of Medicinal Chemistry. – 2000. – Vol. 43. – P. 3867–3877. – DOI: 10.1021/jm000292e.
13. Filimonov D.A., Lagunin A.A., Gloriozova T.A., Rudik A.V., Druzhilovskii D.S., Pogodin P.V., Poroikov V.V. Prediction of the biological activity spectra of organic compounds using the PASS Online web resource // Chemistry of Heterocyclic Compounds. – 2014. – Vol. 50. – P. 444–457. – DOI: 10.1007/s10593-014-1496-1.
14. Ghose A.K., Viswanadhan V.N., Wendoloski J.J. A knowledge-based approach in designing combinatorial or medicinal chemistry libraries for drug discovery. 1. A qualitative and quantitative characterization of known drug databases // Journal of Combinatorial Chemistry. – 1998. – Vol. 1. – P. 55–68. – DOI: 10.1021/cc9800071.
15. Gilson M.K., Liu T., Baitaluk M., Nicola G., Hwang L., Chong J. BindingDB in 2015: a public database for medicinal chemistry, computational chemistry and systems pharmacology // Nucleic Acids Research. – 2015. – Vol. 44. – DOI: 10.1093/nar/gkv1072.
16. Greenbaum D.C., Mackey Z., Hansell E., Doyle P., Gut J., Caffrey C.R., Lehrman J., Rosenthal P.J. McKerrow J.H., Chibale K. Synthesis and structure–activity relationships of parasiticidal thiosemicarbazone cysteine protease inhibitors against Plasmodium falciparum, Trypanosoma brucei, and Trypanosoma cruzi // Journal of Medicinal Chemistry. – 2004. – Vol. 47. – P. 3212–3219. – DOI: 10.1021/jm030549j.
17. Halgren T.A. Merck molecular force field. I. Basis, form, scope, parameterization, and performance of MMFF94 // Journal of Computational Chemistry. – 1996. – Vol. 17. – P. 490–519. – DOI: 10.1002/(SICI)1096-987X(199604)17:5/6<490::AID-JCC1>3.0.CO;2-P.
18. Irwin J.J., Tang K.G., Young J., Dandarchuluun C., Wong B.R., Khurelbaatar M., Moroz Y.S., Mayfield J., Sayle R.A. ZINC20 – a free ultralarge-scale chemical database for ligand discovery // Journal of Chemical Information and Modeling. – 2020. – Vol. 60. – P. 6065–6073. – DOI: 10.1021/acs.jcim.0c00675.

19. Kim S., Chen J., Cheng T., Gindulyte A., He J., He S., Li Q., Shoemaker B.A., Thiessen P.A., Yu B. PubChem 2023 update // Nucleic Acids Research. – 2023. – Vol. 51. – DOI: 10.1093/nar/gkac956.
20. Lafitte D., Lamour V., Tsvetkov P.O., Makarov A.A., Klich M., Deprez P., Moras D., Bri, C., Gilli R. DNA gyrase interaction with coumarin-based inhibitors: the role of the hydroxybenzoate isopentenyl moiety and the 5′-methyl group of the noviose // Biochemistry. – 2002. – Vol. 41. – P. 7217–7223. – DOI: 10.1021/bi0159837.
21. Lipinski C.A., Lombardo F., Dominy B.W., Feeney P.J. Experimental and computational approaches to estimate solubility and permeability in drug discovery and development settings // Advanced Drug Delivery Reviews. – 1997. – Vol. 23. – P. 3–25. – DOI: 10.1016/S0169-409X(96)00423-1.
22. Lobana T.S., Sharma R., Bawa G., Khanna S. Bonding and structure trends of thiosemicarbazone derivatives of metals – An overview // Coordination Chemistry Reviews. – 2009. – Vol. 253. – P. 977–1055. – DOI: 10.1016/j.ccr.2008.07.004.
23. Mortelmans K., Zeiger E. The Ames Salmonella/microsome mutagenicity assay // Mutation Research – Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis. – 2000. – Vol. 455. – P. 29–60. – DOI: 10.1016/S0027-5107(00)00064-6.
24. Muegge I., Heald S.L., Brittelli D. Simple selection criteria for drug-like chemical matter // Journal of Medicinal Chemistry. – 2001. – Vol. 44. – P. 1841–1846. – DOI: 10.1021/jm015507e.
25. Nakamoto K. Infrared and Raman spectra of inorganic and coordination compounds. Part B: Applications in coordination, organometallic, and bioinorganic chemistry. – 6-th ed. – Hoboken: John Wiley & Sons, 2009.
26. O’Boyle N.M., Banck M., James C.A., Morley C., Vandermeersch T., Hutchison G.R. Open Babel: an open chemical toolbox // Journal of Cheminformatics. – 2011. – Vol. 3. – DOI: 10.1186/1758-2946-3-33.
27. Pires D.E.V., Blundell T.L., Ascher D.B. pkCSM: predicting small-molecule pharmacokinetic and toxicity properties using graph-based signatures // Journal of Medicinal Chemistry. – 2015. – Vol. 58. – P. 4066–4072. – DOI: 10.1021/acs.jmedchem.5b00104.
28. RDKit: Open-source cheminformatics. Version 2026.03.6. – Retrived from: (accessed date: 17.09.2026) – URL: https://www.rdkit.org. (accessed 07.10.2026)
29. Riniker S., Landrum G.A. Better informed distance geometry: using what we know to improve conformation generation // Journal of Chemical Information and Modeling. – 2015. – Vol. 55. – P. 2562–2574. – DOI: 10.1021/acs.jcim.5b00654.
30. Trott O., Olson A.J. AutoDock Vina: improving the speed and accuracy of docking with a new scoring function, efficient optimization, and multithreading // Journal of Computational Chemistry. – 2010. – Vol. 31. – P. 455–461. – DOI: 10.1002/jcc.21334.
31. Veber D.F., Johnson S.R., Cheng H., Smith B.R., Ward K.W., Kopple K.D. Molecular properties that influence the oral bioavailability of drug candidates // Journal of Medicinal Chemistry. – 2002. – Vol. 45. – P. 2615–2623. – DOI: 10.1021/jm020017n.

32. Virtanen P., Gommers R., Oliphant T.E., Haberl, M., Reddy T., Cournapeau D., Burovski E., Peterson P., Weckesser W., Bright J. SciPy 1.0: fundamental algorithms for scientific computing in Python // Nature Methods. – 2020. – Vol. 17. – P. 261–272. – DOI: 10.1038/s41592-019-0686-2.
33. Wildman S.A., Crippen G.M. Prediction of physicochemical parameters by atomic contributions // Journal of Chemical Information and Computer Sciences. – 1999. – Vol. 39. – P. 868–873. – DOI: 10.1021/ci990307l.
34. Wishart D.S., Feunang Y.D., Guo A.C., Lo E.J., Marcu A., Grant J.R., Sajed T., Johnson D., Li C., Sayeeda Z. DrugBank 5.0: a major update to the DrugBank database for // Nucleic Acids Research. – 2018. – Vol. 46. – DOI: 10.1093/nar/gkx1037.
35. Wojdyr M. GEMMI: a library for structural biology // Journal of Open Source Software. – 2022. – Vol. 7. – DOI: 10.21105/joss.04200.
36. Zoete V., Daina A., Bovigny C., Michielin O. SwissSimilarity: a web tool for low to ultra high throughput ligand-based virtual screening // Journal of Chemical Information and Modeling. – 2016. – Vol. 56. – P. 1399–1404. – DOI: 10.1021/acs.jcim.6b00174.

Статья поступила в редакцию: 24.09.2026
Статья принята к публикации: 30.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 541.49: 546.881.4

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23483

Synthesis and characterization of a mixed-ligand oxovanadium (IV) complex with acetylacetonate and 2-mercaptobenzothiazole

Jabborova Xolida Abdusalom qizi
Employee, Uzbekistan-Japan Innovation Centre of Youth
Republic of Uzbekistan, Tashkent
E-mail: jabborova0707@gmail.com

Ruziyeva Baxtigul Yuldashovna
PhD
docent, Alfraganus University
Republic of Uzbekistan, Tashkent
E-mail: b.ruziyeva@afu.uz

Daminova Shakhlo Sharipovna
doctor of Chemical Sciences, Professor
Department of Inorganic Chemistry National University of Uzbekistan named after M. Ulugbek
Head of the Laboratory Chemistry and Petrochemistry State Institution Uzbek–Japanese Youth Innovation Center
Republic of Uzbekistan, Tashkent
E-mail: daminova_sh@mail.ru

Синтез и исследование смешаннолигандного комплекса оксованадия(IV) с ацетилацетонатом и 2-меркаптобензотиазолом

Жабборова Холида Абдусалом кизи
сотрудник, ГУ Узбекско-японский молодежный центр инноваций
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Рузиева Бахтигул Юлдашовна
PhD, доц.
Университет Альфраганус
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Библиографическое описание: Жабборова Х.А. кизи, Рузиева Б.Ю., Даминова Ш.Ш. Синтез и исследование смешаннолигандного комплекса оксованадия(IV) с ацетилацетонатом и 2-меркаптобензотиазолом // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23483

For citation: Jabborova X.A.Q., Ruziyeva B.Y., Daminova S.S. Synthesis and characterization of a mixed-ligand oxovanadium (IV) complex with acetylacetonate and 2-mercaptobenzothiazole // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23483

Даминова Шахло Шариповна
д-р хим. наук, проф.
кафедры Общая и неорганическая химия Национальный университет Узбекистана им. М. Улугбека, зав лаб. Химия и нефтехимия ГУ Узбекско-японский молодежный центр инноваций
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Abstract

A monoligand vanadyl complex [VO(acac)$_2$(MBT)] was synthesized via the reaction of oxovanadium(IV) acetylacetonate [VO(acac)$_2$] with 2-mercaptobenzothiazole (MBT) in ethanol at room temperature. The resulting compound was characterized by a set of physicochemical methods, including scanning electron microscopy with energy-dispersive spectroscopy (SEM–EDS), IR spectroscopy, and thermogravimetric/differential thermal analysis (TGA/DTA). EDS data confirmed the elemental composition of the complex, revealing the presence of V, C, N, O, and S, consistent with the proposed formula of the compound. IR spectral analysis revealed characteristic absorption bands: ν(V=O) at 1000 cm^{-1}, indicating retention of the vanadyl group, as well as ν(V–O) bands in the 482–464 cm^{-1} region and ν(V–N) at 434 cm^{-1}. The appearance of the latter band indicates coordination of the MBT ligand through the endocyclic nitrogen atom of the thiazole ring rather than through the sulfur atom. Thermal analysis showed the absence of coordinated or crystallization water molecules in the structure of the complex. The compound melts at 166.6 °C and remains thermally stable up to approximately 205 °C, after which decomposition begins. These results confirm the structural stability of the synthesized complex and suggest promising prospects for its further practical application as a potential catalytic or biologically active compound.

Аннотация

Монолигандный комплекс ванадила [VO(acac)2(MBT)] был синтезирован путём взаимодействия ацетилацетоната оксованадия(IV) [VO(acac)2] с 2-меркаптобензотиазолом (MBT) в среде этанола при комнатной температуре. Полученное соединение было охарактеризовано комплексом физико-химических методов, включая сканирующую электронную микроскопию с энергодисперсионной спектроскопией (СЭМ–ЭДС), ИК-спектроскопию и термогравиметрический/дифференциально-термический анализ (ТГА/ДТА). Данные ЭДС подтвердили элементный состав комплекса, зафиксировав присутствие ванадия, углерода, азота, кислорода и серы, что согласуется с предполагаемой формулой соединения. Анализ ИК-спектра выявил характеристичные полосы поглощения: ν(V=O) при 1000 см-1, свидетельствующую о сохранении ванадильной группы, а также полосы ν(V–O) в области 482–464 см-1 и ν(V–N) при 434 см-1. Появление последней полосы указывает на координацию лиганда MBT через эндоциклический атом азота тиазольного кольца, а не через атом серы. Термический анализ показал отсутствие координированных или кристаллизационных молекул воды в структуре комплекса. Соединение плавится при температуре 166,6 °C и сохраняет термическую стабильность вплоть до приблизительно 205 °C, после чего начинается его разложение. Полученные результаты подтверждают структурную устойчивость синтезированного комплекса и открывают перспективы для его дальнейшего практического применения в качестве потенциального каталитического или биологически активного соединения.

Keywords: oxovanadium(IV), vanadyl acetylacetonate, 2-mercaptobenzothiazole, mixed-ligand complex, FT-IR spectroscopy, SEM–EDS, thermal analysis.

Ключевые слова: оксованадий(IV), ацетилацетонат ванадила, 2-меркаптобензотиазол, смешанолигандный комплекс, ИК-спектроскопия, СЭМ–ЭДС, термический анализ.

Introduction

Oxovanadium(IV) complexes attract considerable attention owing to their structural diversity, catalytic activity and biological properties. Vanadium exhibits a wide range of oxidation states, coordination numbers and geometries, and bis(acetylacetonato)oxovanadium(IV), $[VO(acac)_2]$, is widely used as a convenient precursor for the synthesis of mixed-ligand vanadium(IV) and vanadium(V) complexes with N-donor heterocyclic ligands. Thus, the reaction of $[VO(acac)_2]$ with 2-amino-1-methylbenzimidazole affords a six-coordinate adduct in which the heterocyclic ligand is bound through the imine nitrogen atom in the position *cis* to the oxo group; at the same time, structural data on vanadium complexes with substituted azoles remain scarce [1]. Benzothiazole derivatives represent another important class of N,S-containing ligands whose metal complexes have been studied extensively. Cd(II), Cu(II), Ni(II), Zn(II) and Co(II) complexes of the benzothiazole-derived Schiff base N-(benzo[d]thiazol-2-yl)-1-(3-((E)-(benzo[d]thiazol-2-ylamino)methyl)phenylmethan imine were shown by FT-IR, UV–Vis, NMR spectroscopy and mass spectrometry to adopt an octahedral geometry; the cobalt(II) complex exhibited the highest antimicrobial activity (inhibition zones of 20–23 mm) [2]. Ce(III) complexes with a benzothiazole-derived ligand were characterized by molar conductance, FT-IR, ^{1}H NMR, TGA and XRD and screened against *B. subtilis*, *S. aureus*, *E. coli*, *C. tropicalis* and *A. niger* in comparison with amoxicillin [3]. Co(II), Ni(II), Cu(II) and Zn(II) complexes of a benzothiazole Schiff base were investigated with respect to DNA binding and *in vitro* cytotoxicity [4], and Cu^{2+}, Co^{2+} and Cd^{2+} chelates of a NOON-tetradentate Schiff base bearing α-tetralone and benzothiazole moieties were characterized spectroscopically and biologically [5]. Azo ligands containing tetrahydrobenzothiazole and pyrimidobenzothiazole fragments afforded Cu(II), Co(II), Ni(II) and Zn(II) complexes with moderate to good cytotoxic activity [6]. For Ni(II), Cu(II) and Zn(II) complexes of a benzothiazole derivative, an octahedral geometry was established for the copper and zinc compounds and a distorted square-planar geometry for the nickel compound [7]. The reaction of (E)-2-((2-(benzothiazol-2-yl)hydrazono)methyl)phenol (H_2L) with nickel(II) chloride and copper(II) nitrate yielded mono-, di- and trinuclear crystalline complexes that interact with DNA *via* an intercalative mode [8]. Co(II), Ni(II) and Cu(II) complexes of the benzothiazole–hydrazone Schiff base H_2p-NP were characterized by a combination of spectroscopic, electrochemical, DFT and molecular docking methods, the Cu(II) complex being the most active against *S. aureus*, *E. coli* and *C. albicans* [9]. Square-planar copper(II) complexes of Schiff bases derived from 2-aminobenzothiazole exhibit superoxide dismutase-like, antioxidant and DNA-binding activity [10], while Schiff bases of benzothiazoles and their zinc and lanthanum complexes show pronounced antimicrobial activity against *C. albicans*, *E. coli*, *Staphylococcus*, *Klebsiella* and *Bacillus* [11].

In contrast, vanadium complexes with benzothiazole-based ligands have received much less attention. The reaction of the tridentate N,N,N-donor ligand (E)-2-(2-(1-(pyridin-2-yl)ethylidene)hydrazinyl)benzo[d]thiazole (HL) with V_2O_5 afforded the dioxidovanadium(V) complex [VO_2L], whereas the reaction with [$VO(acac)_2$] gave a mixture of [VO_2L] and the oxidovanadium(IV) complex [VO(acac)L]; both compounds were characterized by single-crystal X-ray diffraction and used as catalyst precursors for the oxidation of olefins with H_2O_2 [12]. Meanwhile, mixed-ligand complexes of the vanadyl ion with the simplest representative of this class, 2-mercaptobenzothiazole (MBT), which contains potentially donor endocyclic nitrogen and exocyclic sulfur atoms and exists in thione–thiol tautomeric equilibrium, remain insufficiently studied.

The aim of the present work is to synthesize a mixed-ligand oxovanadium(IV) complex based on [$VO(acac)_2$] and 2-mercaptobenzothiazole and to characterize its composition, coordination mode and thermal behaviour by SEM–EDS, FT-IR spectroscopy and simultaneous thermal analysis.

Materials and methods

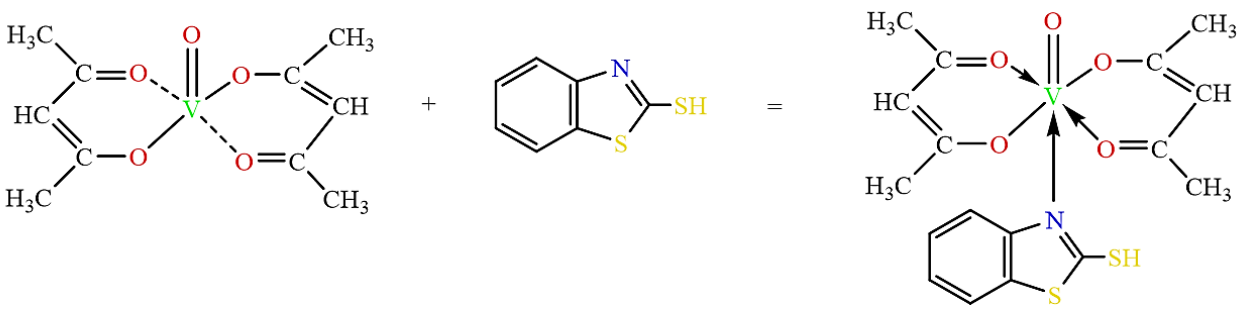
Bis(acetylacetonato)oxovanadium(IV) ($VO(acac)_2$), 2-mercaptobenzothiazole (MBT) and 96 % ethanol were used for the synthesis. All reagents were commercially available (Sigma-Aldrich) and used as received without further purification.

FT-IR spectra were recorded on an INVENIO-S FT-IR spectrometer (Bruker, Germany) in the range of 4000–400 cm^{-1} with a resolution of 4 cm^{-1} using samples pressed into KBr pellets (7 mm in diameter).

Thermal analysis (TGA/DTA) was performed on an SDT 650 simultaneous thermal analyzer (TA Instruments, USA) equipped with a K-type thermocouple (Low RG Silver) using alumina crucibles. The measurements were carried out under a nitrogen atmosphere (flow rate 50 mL/min) in the temperature range of 20–900 °C at a heating rate of 10 °C/min.

The surface morphology and elemental composition of the sample were studied using a JSM-IT200LA scanning electron microscope (JEOL, Japan) equipped with an energy-dispersive X-ray spectrometer (SEM–EDS).

Synthesis of [VO(acac)$_2$(MBT)]. A solution of 2-mercaptobenzothiazole (0.0167 g, 0.1 mmol) in ethanol (5 mL) was added under constant stirring to a solution of $VO(acac)_2$ (0.0265 g, 0.1 mmol) in ethanol (5 mL). The reaction mixture, which turned green, was stirred for 3 h and then cooled to room temperature. Green crystals formed within seven days upon slow evaporation of the mother liquor. The synthesis of the complex is shown in Scheme 1.

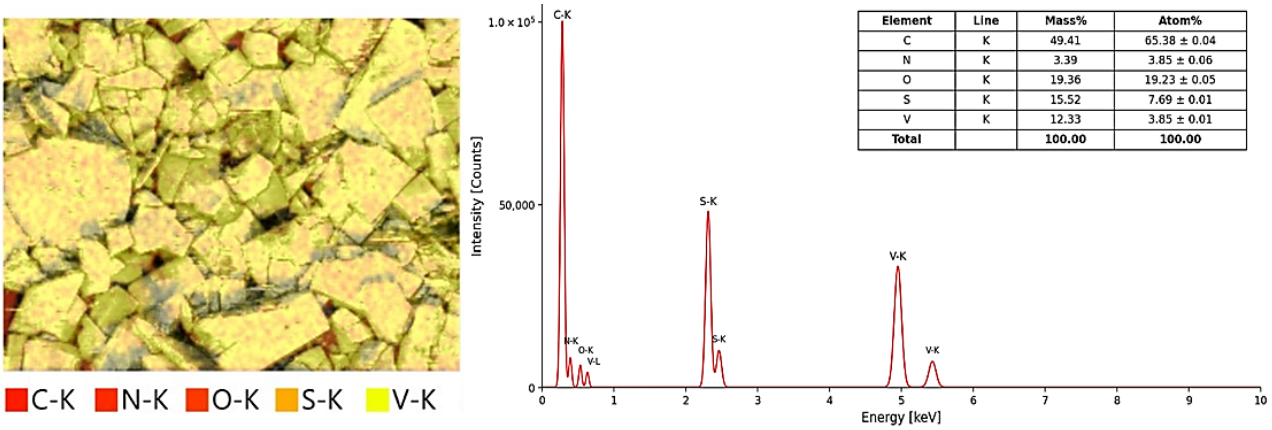


Scheme 1. Synthesis of the [VO(acac)$_2$(MBT)] complex

Results and Discussion

The composition and structure of the [VO(acac)$_2$(MBT)] complex were studied by SEM–EDS, FT-IR spectroscopy and thermal analysis.

The elemental composition of the complex was determined by EDS analysis (Fig. 1).



Element	Line	Mass%	Atom%
C	K	49.41	65.38 ± 0.04
N	K	3.39	3.85 ± 0.06
O	K	19.36	19.23 ± 0.05
S	K	15.52	7.69 ± 0.01
V	K	12.33	3.85 ± 0.01
Total		**100.00**	**100.00**

Figure 1. SEM image with EDS elemental mapping (left) and EDS spectrum with quantitative elemental composition (right) of the [VO(acac)$_2$(MBT)] complex

The EDS spectrum displays the characteristic lines of C, N, O, S and V, confirming that both the vanadyl moiety and the MBT ligand are incorporated into the complex, and elemental mapping shows a uniform distribution of these elements over the surface of the crystals, indicating that the sample is homogeneous. It was found that the experimentally determined percentage content of the elements was nearly equal to the theoretically calculated percentage content of the elements.

The FT-IR spectrum of the complex (Fig. 2) retains the main absorption bands of the ligands, although their positions and shapes are partially changed. The most significant changes upon complex formation concern the ν(C=N) stretching vibration of the thiazole ring and the ν(C–O) vibrations of the acetylacetonate ligands, which are shifted by 31–42 cm^{-1}. The intense bands at 1555 and 1522 cm^{-1} are assigned to the coupled ν(C=O) and ν(C=C) vibrations of the chelating acac ligands, which overlap with the ν(C=N) vibration of the heterocycle in the 1650–1500 cm^{-1} region. The strong band at 1000 cm^{-1} is assigned to the ν(V=O) stretching vibration of the vanadyl group, and the bands at 482, 464 cm^{-1} and 434 cm^{-1} to the ν(V–O) and ν(V–N) vibrations, respectively; these bands are absent in the spectrum of free MBT.

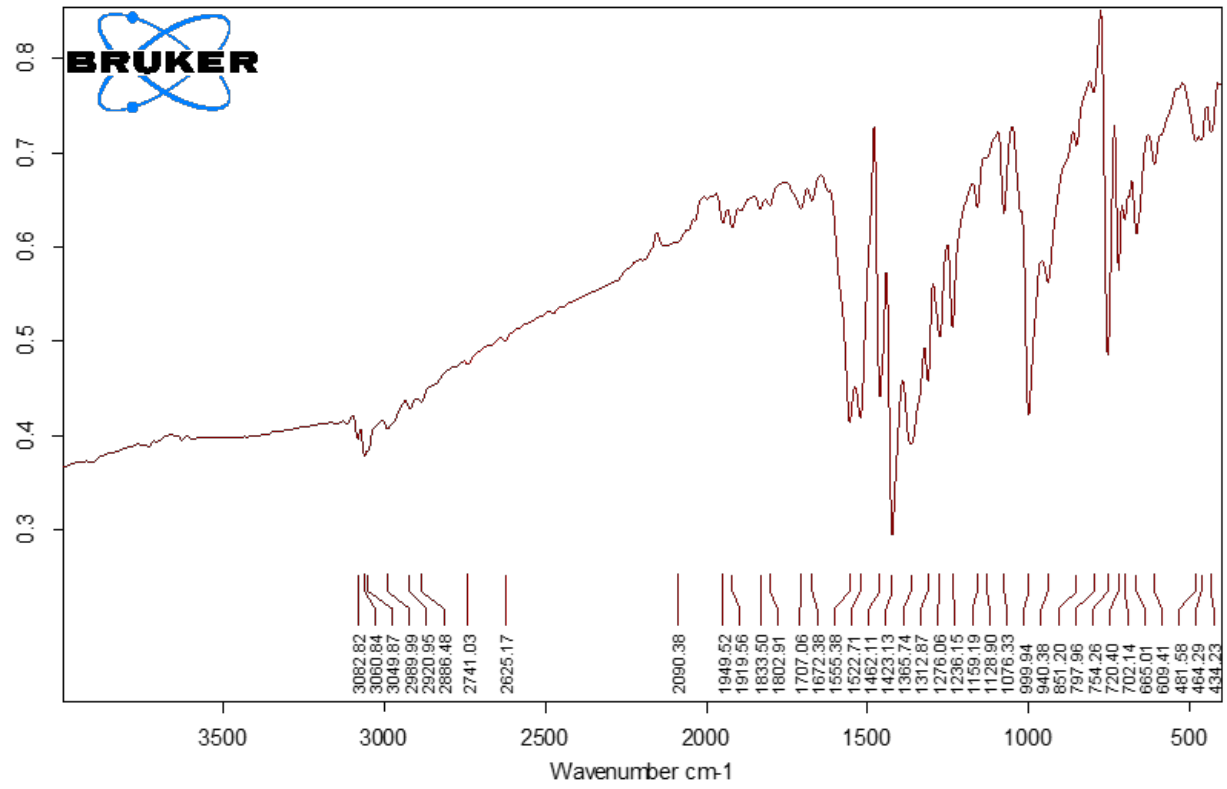


Figure 2. FT-IR spectrum of the [VO(acac)$_2$(MBT)] complex

The position of the ν(V=O) band is close to that in the parent [VO(acac)$_2$], which may indicate coordination of the N-donor ligand in the position *cis* to the oxo group, as established for the related complex with 2-amino-1-methylbenzimidazole [1]. Taken together, the IR data indicate that both acetylacetonate ligands retain their bidentate O,O′-chelating mode, whereas MBT is coordinated to the vanadium atom as a neutral monodentate ligand through the endocyclic nitrogen atom of the thiazole ring, completing a distorted octahedral coordination environment of vanadium(IV).

The thermal behaviour of the [VO(acac)$_2$(MBT)] complex was studied in the range of 20–900 °C (Fig. 3). The DTA curve exhibits an endothermic effect in the range of 145–199 °C (onset 153.3 °C, maximum at 166.6 °C, ΔH = 82.5 J/g), which is not accompanied by a noticeable mass loss and is attributed to melting of the complex. The absence of mass loss below 200 °C indicates that the complex contains neither coordinated nor lattice water molecules. The main decomposition stage occurs in the range of 206–361 °C (midpoint 272.4 °C) and is accompanied by a mass loss of 52.3 %. This value exceeds that calculated for the elimination of two acetylacetone molecules (46.3 %), indicating that decomposition of the acac ligands is accompanied by partial degradation of the MBT ligand. In the range of 361–870 °C, a gradual mass loss associated with further decomposition of the organic moiety and evolution of volatile products is observed. The residual mass at the end of the experiment (~26 %) exceeds that calculated for V_2O_5 (21.0 %), which is typical of thermolysis in an inert atmosphere, where a carbonaceous residue is retained together with vanadium oxides.

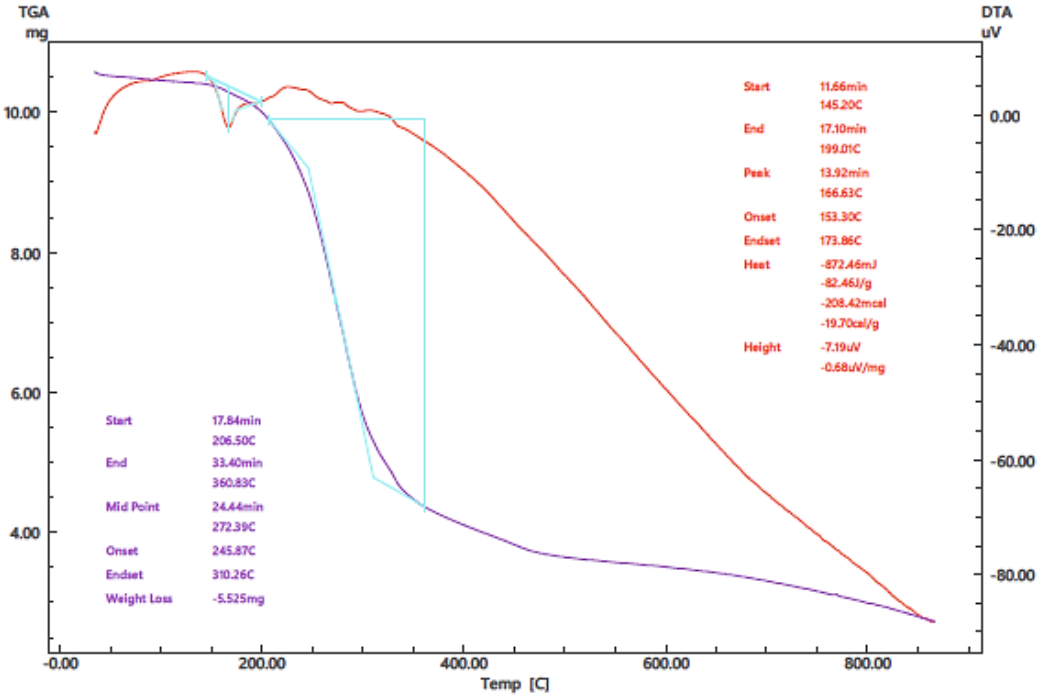


Figure 3. TGA and DTA curves of the [VO(acac)$_2$(MBT)] complex (N_2, 10 °C/min)

Conclusion. A mixed-ligand oxovanadium(IV) complex of composition [VO(acac)$_2$(MBT)] was synthesized by the reaction of VO(acac)$_2$ with 2-mercaptobenzothiazole in ethanol and characterized by a set of physicochemical methods. SEM–EDS analysis confirmed the presence of V, C, N, O and S and their uniform distribution in the sample; the contents of C, O and V agree with those calculated for $C_{17}H_{19}NO_5S_2V$. The FT-IR spectrum of the complex shows the ν(V=O) (1000 cm^{-1}), ν(V–O) (482, 464 cm^{-1}) and ν(V–N) (434 cm^{-1}) bands, as well as a shift of the ν(C=N) band of the thiazole ring, indicating coordination of MBT to vanadium(IV) through the endocyclic nitrogen atom with retention of the bidentate chelating mode of the acetylacetonate ligands. Thermal analysis showed that the complex contains no water molecules, melts at 166.6 °C and is thermally stable up to ~205 °C; its decomposition proceeds in two stages, beginning with the elimination of the acetylacetonate ligands.

References

1. Kadirova Z.Ch., Rahmonova D.S., Talipov S.A., Ashurov J.M., Parpiev N.A. Bis(acetylacetonato-κ2κ2O,O′)(2-amino-1-methyl-1H-benzimidazole-ккN3)oxidovanadium(IV) // Acta Crystallographica Section E. – 2009. – Vol. 65, Pt. 7. – DOI: 10.1107/S1600536809023113.
2. Mohsen D.N., Tawfiq K.M., Majeed I.Y., Abd El-Lateef H.M., Sabri M., Hashim R.A., Jarad A.J., Hussein A.O., Abdelhamid A.A., Alzahrani M.M., Abdelbaset M., Elhenawy A.A. Synthesis, structural characterization, biological activity of trace metal complexes with a 2-aminobenzothiazole-derived Schiff base: experimental and docking studies // Journal of Trace Elements in Medicine and Biology. – 2025. – Vol. 95. – Art. 127880. – DOI: 10.1016/j.jtemb.2026.127880.

3. Neelima, Poonia K., Kumar D. Syntheses, characterization and in vitro biological potent of 2-aminobenzothiazole moiety with Ce(III) metal complexes // Materials Today: Proceedings. – 2018. – Vol. 5. – P. 1626–1634.
4. Gopich, K., Mahipal V., Rao N.N., Ganai A.M., Rao P.V. Co(II), Ni(II), Cu(II), and Zn(II) complexes with benzothiazole Schiff base ligand: preparation, spectral characterization, DNA binding, and in vitro cytotoxic activities // Results in Chemistry. – 2023. – Vol. 5. – Art. 100868.
5. El-Kot D.A., Gomaa E.A., El-Askalany A.M.H., Zaky R.R., Abd El-Hady M.N. Design of a novel NOON-tetradentate Schiff-base scaffold supported by αα-tetralone and benzothiazole moieties with its Cu2+2+, Co2+2+, and Cd2+2+ chelates // Journal of Molecular Structure. – 2023. – Vol. 1278. – P. 273–290.
6. Rangappa M.M., Keshavayya J., Krishna P.M., Rajesh K. Transition metal complexes of ligand 4-imino-3-[(4,5,6,7-tetrahydro-1,3-benzothiazol-2-yl)diazenyl]-4H-pyrimido[2,1-b] [1,3]benzothiazol-2-ol containing benzothiazole moiety: synthesis, spectroscopic characterization and biological evaluation // Inorganic Chemistry Communications. – 2021. – Vol. 127. – Art. 108524.
7. Abd El-Nasser M.G., Ismail T.I. Synthesis, characterization, molecular docking studies, and theoretical calculations of novel Ni(II), Cu(II), and Zn(II) complexes based on benzothiazole derivative // BMC Chemistry. – 2025. – Vol. 19, No. 1. – Art. 202.
8. Meyer Moreira J. dos Santos Félix Vieira S., de Deus Correia G., Nascimento de Almeida L., Finoto S., Brandl C.A., Msumange A.A., Galvão F., Pires de Oliveira K.M., Caneppele Paveglio G., Martins da Silva M., Tirloni B., de Carvalho C.T., Roman D. Synthesis and characterization of novel hydrazone complexes: exploring DNA/BSA binding and antimicrobial potential // ACS Omega. – 2025. – Vol. 10, No. 7. – P. 7428–7440. – DOI: 10.1021/acsomega.5c00069.
9. Ibrahim F.M., Gomaa E.A., Zaky R.R., Yousif E., Abd El-Hady M.N. Comprehensive characterization of benzothiazole-hydrazone metal(II) complexes via spectroscopic, biological assignment, electrochemical, DFT, and molecular docking approaches // Scientific Reports. – 2026. – Vol. 16. – Art. 14406.
10. Joseph J., Boomadevi Janaki G. Copper complexes bearing 2-aminobenzothiazole derivatives as potential antioxidant: synthesis, characterization // Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology. – 2016. – Vol. 162. – P. 86–92.
11. Anuse D.G., Desale V.J., Thorat B.R., Anuse D.D., Jagadhani S.G., George Abraham K., Yamagar R.S. Synthesis and screening of biologically active Schiff bases of benzothiazoles and their zinc and lanthanum metal complexes // Oriental Journal of Chemistry. – 2021. – Vol. 37, No. 1. – P. 187–193.
12. Ghorbanloo M., Bikas R., Jafari S., Krawczyk M.S., Lis T. Synthesis, structural characterization and catalytic potential of oxidovanadium(IV) and dioxidovanadium(V) complexes with thiazole-derived NNN-donor ligand // Journal of Coordination Chemistry. – 2018. – Vol. 71. – P. 1510–1525. – DOI: 10.1080/00958972.2018.1465941.

Статья поступила в редакцию: 22.08.2026
Статья принята к публикации: 06.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 543.3+543.422.5

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23383

Investigation of matrix interference in extractive-photometric analysis of surfactants in water samples

Orziqulova Shohsanam Rustam qizi
teacher
Department of Chemistry, Jizzakh State Pedagogical University
Uzbekistan, Jizzakh

Sultonov Marat Mirzayevich
doctor of Chemical Sciences, Professor
Department of Chemistry, Jizzakh State Pedagogical University
Uzbekistan, Jizzakh

Исследование матричной интерференции в экстракционно-фотометрическом анализе поверхностно-активных веществ в водных образцах

Орзиқулова Шохсанам Рустам қизи
преподаватель
кафедра химии, Джизакский государственный педагогический университет
Республика Узбекистан, Джизак

Султонов Марат Мирзаевич
д-р хим. наук, проф.
кафедра химии, Джизакский государственный педагогический университет
Республика Узбекистан, Джизак

Abstract

Extractive-photometric determination remains a widely used approach for surfactant analysis in natural and wastewater samples, but matrix constituents can interfere with the ion-association and colour-forming reactions on which it relies. This study systematically compared published interference data to develop a unified framework for understanding matrix effects in extractive-photometric surfactant determination. Twenty-one primary interference studies, together with one supporting review, covering anionic, cationic, and nonionic surfactant methods were analyzed by

Библиографическое описание: Орзиқулова Ш.Р.Қ., Султонов М.М. Исследование матричной интерференции в экстракционно-фотометрическом анализе поверхностно-активных веществ в водных образцах // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23383

For citation: Orziqulova S.R.Q., Sultonov M.M. Investigation of matrix interference in extractive-photometric analysis of surfactants in water samples // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23383

interferent type, reagent chemistry, sample matrix, and reported mitigation strategy. Three principal sources of interference were identified: competing inorganic ions and residual oxidants, coexisting surfactants of different ionic classes, and organic matrix constituents such as humic substances and proteins, addressed by five mitigation strategies — chemical masking, selective pre-extraction, physical separation, procedural control, and selection of interference-resistant reagents. Reagent chemistry proved a fundamental determinant of matrix tolerance: reagents based on inner-sphere coordination with the surfactant resist inorganic salt interference substantially better than conventional outer-sphere ion-pairing dyes. Interferents tolerated individually could also produce substantial bias when present simultaneously in saline matrices, showing the limits of single-interferent validation. The resulting framework offers a mechanistically informed basis for selecting reagents and sample-treatment procedures for surfactant determination in real environmental waters, including waters with variable salinity and organic load.

Аннотация

Экстракционно-фотометрическое определение остаётся основным методом контроля поверхностно-активных веществ (ПАВ) в природных и сточных водах, однако реальные матрицы содержат компоненты, мешающие цветной ионно-ассоциативной реакции. В работе систематически сопоставлены опубликованные данные по мешающему влиянию и предложена единая классификация матричных помех при экстракционно-фотометрическом определении ПАВ, построенная на анализе двадцати одной первичной работы и одной обобщающей публикации, охватывающих анионные, катионные и неионогенные ПАВ. Выделены три источника помех — конкурирующие неорганические ионы и остаточные окислители, ПАВ другого ионного класса и органические компоненты матрицы (гуминовые вещества, белки), — устраняемые пятью стратегиями: химическим маскированием, селективной предварительной экстракцией, физическим разделением, процедурным контролем и выбором устойчивого к помехам реагента. Химия реагента оказалась ключевым фактором солевой устойчивости: реагенты, образующие внутрисферные комплексы с анионом ПАВ, устойчивее к неорганическим солям, чем внешнесферные ионно-ассоциативные красители. Интерференты, безопасные по отдельности, могут давать значительную неаддитивную погрешность при совместном присутствии в реальной солёной матрице, что ограничивает достаточность проверки на одном интерференте. Предложенная система даёт практическую, основанную на химии основу для выбора реагентов и этапов предварительной обработки при анализе ПАВ в реальных экологических водах с переменным солевым составом и органической нагрузкой.

Keywords: surfactants, matrix interference classification, extractive-photometric determination, ion-pair extraction, water analysis.

Ключевые слова: поверхностно-активные вещества, матричные помехи, экстракционно-фотометрическое определение, экстракция ионных пар, анализ вод.

Introduction

Surfactants reach surface and ground waters mainly through wastewater discharge. Their amphiphilic structure makes them useful as detergents and hard to isolate cleanly for analysis [15]. Extractive-photometric determination, based on a coloured ion pair with an oppositely charged dye, remains a widely used routine approach because it needs no expensive equipment [6, 15]. Anionic surfactants are usually determined with methylene blue or related azo dyes [6, 10]; nonionic surfactants through coordination of the polyoxyethylene chain with an alkali-metal cation, extracted as picrate, tetrabromophenolphthalein, or thiocyanatocobalt(II) complexes [5, 9, 20, 21]; cationic surfactants with anionic dyes such as methyl orange [1, 4].

Problems appear once these methods leave the standard-solution stage. Common ions (Cl^-, NO_3^-, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Fe^{3+}) bias the signal in either direction, depending on the dye [6]. Less obvious species matter too: residual chlorine interferes with cationic-dye methods unless reduced beforehand [13], and tolerance limits for sulfide, thiocyanate, iodide, and humic acids differ tenfold between reagents [10, 16, 18]. Surfactants of different ionic classes interfere with each other as well: anionic surfactants suppress the nonionic signal by competing for the coordinating cation [5, 20], while cationic surfactants inflate it by forming their own ion pair [5]. Storage and filtration add bias through adsorption losses [20], and since the response depends on alkyl chain length, the calibration standard chosen affects accuracy in ways tied to the unknown sample composition [16].

Reported countermeasures include masking interfering ions, pre-extracting the interfering surfactant, reducing residual oxidants, solid-phase extraction, and redesigning the procedure itself [1, 3, 4, 10, 11, 13, 16, 17, 18, 21]. However, these approaches are usually reported within individual analytical systems, making cross-method comparison difficult. Therefore, the objective of this study was to critically compare and classify matrix interference in extractive-photometric surfactant determination across anionic, cationic, and nonionic analytical systems. Particular attention was given to the chemical origin of interference, the dependence of matrix tolerance on reagent chemistry and sample composition, and the effectiveness of reported mitigation strategies. By comparing primary studies under a common analytical framework, this work aims to distinguish general interference mechanisms from reagent-specific effects and to establish practical criteria for selecting chromogenic reagents and sample-treatment procedures for analysis of surfactants in real water matrices.

Materials and Methods

A literature survey was conducted and approximately 60–70 publications related to extractive-photometric determination of surfactants were screened. From these, twenty-one primary studies meeting the inclusion criteria were selected for detailed comparative analysis; one additional review article [15] was consulted for general background and is not part of the criteria-based comparison. The selected papers span nearly five decades of the field: foundational reagent-development studies published between 1978 and 2013 are complemented by recent studies (2022–2026) that re-examine cross-class and matrix interference using solid-phase extraction and green-solvent alternatives. All were published in peer-reviewed analytical chemistry journals, including Analyst, Analytica Chimica Acta, Talanta, Analytical Sciences, Analytical Methods, Chemosphere, Microchimica Acta, ACS ES&T Water, and Sensors & Diagnostics. Three inclusion criteria were applied: the method

had to be an ion-pair extraction applicable to anionic, cationic, or nonionic surfactants; the article had to report quantitative tolerance limits, recoveries, or an explicit description of at least one matrix effect; and enough experimental detail (reagent, extraction solvent, wavelength, and sample matrix) had to be given to compare studies against each other. Papers describing extraction procedures without interference data, or reporting only calibration and sensitivity, were excluded even where they concerned the same reagent systems, since they added no comparative information on matrix effects.

For each source, the reported interferents were sorted into three categories: common inorganic ions and residual oxidants, coexisting surfactants of a different ionic class, and organic matrix constituents such as humic substances and proteins. Where an interferent could plausibly belong to more than one category (for example, a species acting both as a competing ion and, at higher concentration, as an oxidant), it was assigned to the category under which the original authors reported the effect. Mitigation strategies described in each source were grouped by underlying mechanism rather than by the specific reagent in which they first appeared, giving five categories: chemical masking, selective pre-extraction, physical separation (washing or ion-exchange), procedural control (reduced extraction volume or contact time), and selection of an interference-resistant reagent. Original concentration units were kept as reported instead of being converted to a common scale, since commercial surfactant mixtures often have an uncertain average molar mass, and forcing a conversion would have introduced error not present in the source data. Where two studies reported apparently conflicting tolerance for the same ion under similar conditions, both values are reported and the likely source of the discrepancy (reagent, solvent, or extraction ratio) is noted in the discussion.

Results and Discussion

Anionic surfactants: the methylene blue problem and its alternatives

The methylene blue (MB) method is a widely used anionic-surfactant procedure but is intrinsically susceptible to interference from other extractable anions, since ion pairing does not by itself distinguish the target surfactant from them. Fytianos et al. [6] found Cl^-, Ca^{2+}, and Fe^{3+} tolerable for the MB dye at natural-water concentrations, while Mg^{2+} biased results above 500 ppm and NO_3^- above 20 ppm; Ródenas-Torralba et al. [18] confirmed similar limits and additionally reported exceptional tolerance to Triton X-100 (>10 g/L).

Reagent chemistry, not just concentration, determines chloride tolerance. Ho and Lin [8] and Kasahara et al. [11] each found that a weaker, more selective ion-pairing reagent reduces chloride bias, with Kasahara's reagent remaining interference-free above seawater salinity where the classical ethyl violet dye already precipitates. Crisp et al. [3] explained why: outer-sphere ion pairs, such as methylene blue's, bind indiscriminately and extract small hydrated anions like chloride along with the surfactant, whereas their inner-sphere copper reagent coordinates the surfactant oxygen directly — a bond chloride cannot form — leaving the method essentially free of seawater-matrix interference. The lesson: chloride sensitivity is not intrinsic to ion-pair extraction but tracks how indiscriminately the reagent binds, and can be designed out rather than only corrected for afterward.

Organic co-solutes are a separate problem. Pedraza et al. [16] tabulated over twenty interferents for MB versus the surfactant-dye binding degree method and found humic acid raises the MB blank while proteins such as albumin depress the signal, and proposed C18 solid-phase pretreatment. Moskvin et al. [14] explained why: humic acids act two ways at once, forming their own extractable complex with MB (raising the blank) while competing with the surfactant for the dye (lowering the signal). Their fix — an intermediate acidic column wash at pH 10 — eliminated humic-acid interference up to 20 mg/L, well above typical river concentrations.

Procedural and solvent changes offer a third route, moving from simplification toward full solvent replacement. Jurado et al. [10] cut MB extraction to a single step; Pereira and Rocha [17] reduced solvent volume via microextraction with no significant interference; and two recent studies remove chloroform altogether — dos Santos et al. [19] using a hydrophobic natural deep eutectic solvent with smartphone readout (LOD 2.0 μg/L), and Yoon et al. [22] a 3:1 methyl isobutyl ketone–1,2-dichloroethane mixture that cuts phase separation to under 3 minutes and tolerates a broad range of pH, ionic strength, and anions.

Cationic and nonionic surfactants

Cationic-surfactant methods vary just as much by reagent, and cross-class effects can run either direction. Biswas and Pal [1] found thirteen coexisting ions and other surfactant classes biasing chrome azurol S determination, restoring real-water recovery from below 23 % to 75–90 % only after EDTA masking — a reagent-specific pattern seen with Evtushenko's methyl orange method [4] as well. Korzhan et al. [12] showed the opposite can also occur: a coexisting nonionic surfactant enhanced rather than degraded the Coomassie Brilliant Blue G signal for cetylpyridinium chloride. The scale of cross-class bias was recently quantified directly in seawater: Bramblett and Frossard [2] found anionic surfactants underestimate cationic-surfactant colorimetric results by up to 83 %, an effect largely removed by analysing sequential solid-phase extracts separately rather than combined.

Nonionic determination has its own logic, since the reagents used respond to ion association with other surface-active species rather than simple inorganic ions. Tôei et al. [20] and Favretto et al. [5] both found anionic and cationic surfactants cross-interfering with nonionic determination, resolved by pre-extraction. Inaba [9] showed why single-interferent testing can mislead: LAS, PEG-300, and humic acid were individually mild, but combined with 0.6 M NaCl pushed the result to 180 % of the true value. Yokoyama et al. [21] solved this structurally with a triple-stage cartridge that removes cationic and anionic surfactants before the nonionic fraction reaches the colour-forming reaction, eliminating rather than merely tolerating the interference.

Synthesis

Table 1 summarises the picture: three principal interference sources — competing inorganic ions and residual oxidants, cross-class surfactants, and organic matrix constituents — met by five countermeasures. These sources rarely act in isolation, as the combined-interferent data above show. Among the five countermeasures, procedural control (smaller volumes, shorter contact times [17]) suppresses interference fairly generally, almost regardless of chemistry; chemical masking is narrowly targeted but reliable for a known interferent, such as EDTA for Fe^{3+} [1, 3, 4, 8]; and

physical separation — a simple wash [14] or full ion-exchange fractionation [21] — tends to outperform correcting for interference mathematically. Reagent selection is the least-discussed strategy but, as shown above, the most fundamental, since it converts salt tolerance from an optimisation outcome into an inherent reagent property. Recent work extends this same logic across all four amphiphilic classes at once: Grisillon et al. [7] combined a graphitized-carbon-black SPE protocol with optimised ion-pair spectrophotometric detection to achieve separate quantification of cationic, nonionic, weak-anionic, and strong-anionic surfactants at nanomolar sensitivity, confirming physical fractionation before colour development as the most effective route to matrix-independent determination.

Table 1.

Reported interferents and mitigation strategies in extractive-photometric surfactant determination

Surfactant class	Analytical system	Main interferent(s)	Observed effect	Mitigation	Ref.
Anionic	Methylene blue	Mg^{2+}; NO_3^-	Positive bias above 500 ppm (Mg^{2+}); small positive bias above 20 ppm (NO_3^-)	Kept within tolerance limits	[6]
Anionic	Ethyl violet / p-xylene	Halides; Fe^{3+}	Positive bias (halides, own ion pair); negative bias (Fe^{3+}, competes for dye); other cations negligible	Extract washing (halides); EDTA masking (Fe^{3+})	[8]
Anionic	Co(5-CF_3-PADAP)$_2^+$ vs. Ethyl violet / Co(5-Cl-PADAP)$_2^+$	Cl^-; cationic surfactant; perchlorate	Cl^- severely biases weaker reagents (ethyl violet, Co(5-Cl-PADAP)$_2^+$), not Co(5-CF_3-PADAP)$_2^+$ (stable to 0.7 mol/dm³); cationic surfactant (−87.9%) and perchlorate (−4.8%) still bias it	Reagent selection resolves Cl^-; other two remain minor, unresolved	[11]
Anionic	Diaquabis(ethylenediamine)copper(II)	Sulfide; Fe^{3+}	Only these two interfere; major seawater ions do not	H_2O_2 oxidation (sulfide); EDTA masking (Fe^{3+})	[3]
Anionic	Methylene blue (flow)	Ca^{2+}, Mg^{2+}, Cd^{2+}, Cl^-, NO_3^-, oxalate, Triton X-100	Tolerable within quantified limits for each ion	Operated within quantified tolerance limits	[18]
Anionic	Methylene blue (extraction-chromatography)	Humic acid	Dual mechanism: raises background and competes with analyte	Intermediate acidic column wash	[14]
Anionic	MB / DDABr–CBBG	S^{2-}, SCN^-, I^-, phenol, humic acid, albumin	Interferes at reported concentrations	C18 SPE pretreatment	[16]
Anionic	Methylene blue (simplified)	Filtration	Causes surfactant loss in the classical protocol	Single-step extraction, no filtration	[10]
Anionic	Methylene blue (microextraction)	Broad ion/organic panel	No significant effect	Small volume, short contact time	[17]
Anionic	4-(4-N,N-dimethylaminophenylazo)-2-methylquinoline	Residual chlorine (ClO^-)	Positive interference	Ascorbic acid reduction	[13]
Cationic	Methyl orange	Cu^{2+}; Fe^{3+}	Cu^{2+} harmless; Fe^{3+} interferes above 0.5 µg/mL	EDTA masking; $Fe(OH)_3$ precipitation above 5 µg/mL	[4]

Surfactant class	Analytical system	Main interferent(s)	Observed effect	Mitigation	Ref.
Cationic	Chrome azurol S / 1-butanol	Cl^-, NO_3^-, SO_4^{2-}, PO_4^{3-}, CO_3^{2-}, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Pb^{2+}, Fe^{3+}, Ni^{2+}, Cu^{2+}, SDS, Triton X-100	13 ions bias signal at low μM; real-water recovery <23% unmasked	EDTA masking (4 g/L); recovery restored to 75–90%	[1]
Cationic	Coomassie Brilliant Blue G	Triton X-100 (nonionic surfactant, organised medium)	Signal enhanced and colloidal system stabilised, not degraded, by coexisting nonionic surfactant	Reagent-chemistry effect exploited rather than removed (opposite-direction cross-class effect)	[12]
Nonionic	TBPE-K	Anionic surfactants; filtration/storage	Anionic surfactants bias the signal; filtration and storage reduce recovery	Controlled sample handling	[20]
Nonionic	Picrate	Anionic and cationic surfactants	Cross-class interference	Preliminary extraction/removal step	[5]
Nonionic	Co(II)–PAR (toluene)	LAS, PEG-300, humic acid, NaCl	Individually mild; LAS+humic acid+NaCl combined — strong non-additive bias	Ion-exchange pretreatment for saline/high-load samples	[9]
Nonionic	Ferric thiocyanate (toluene)	Cationic and anionic surfactants	Eliminated, not just tolerated	Sequential SCX–SAX–C18 ion-exchange fractionation	[21]
Anionic	Methylene blue (NADES microextraction)	None reported (green-solvent alternative)	Chloroform-free NADES extraction, smartphone colorimetry	Solvent substitution (NADES replaces chloroform)	[19]
Cationic	Colorimetric quantification (seawater SPE extract)	Anionic surfactants (complex mixtures)	Underestimation of cationic surfactant concentration by up to 83%	Sequential two-step SPE, separate quantification per extract	[2]
Anionic / Cationic / Nonionic	SPE (graphitized carbon black) + ion-pair spectrophotometry	Cross-class surfactant mixtures	Separate quantification of 4 surfactant classes at nanomolar sensitivity	Sequential-elution SPE fractionation before colour development	[7]
Anionic	MIBK–1,2-dichloroethane (3:1)	F^-, Cl^-, Br^-, I^-, NO_2^-, NO_3^-, CN^-, phosphate, carboxylates (15 anions tested)	Minimal interference except Br^-/I^- above natural-water concentrations	Solvent selection (replaces chloroform); stable pH 3–10, ionic strength to 2 mol/L	[22]

Conclusion

Matrix interference in extractive-photometric surfactant determination can be grouped into three principal sources: competing inorganic ions and residual oxidants, cross-class surfactants, and organic constituents such as humic acids and proteins. These sources may interact rather than act independently under realistic sample conditions, and no single reagent handles all three at once. Five countermeasures appear across the literature: chemical masking, selective pre-extraction, physical separation by washing or ion exchange, procedural control such as smaller extraction volumes or shorter contact times, and choosing a reagent whose coordination chemistry is inherently resistant to the expected interferent, an option that is the least discussed of the five, though arguably the most fundamental. That last option has a real mechanistic basis: reagents forming inner-sphere complexes with the surfactant can provide substantially greater salt tolerance than conventional outer-sphere ion-pairing dyes, however carefully the latter are optimised.

The main contribution of this study is the integration of these five countermeasures into a single classification, applicable across anionic, cationic, and nonionic surfactants rather than to one dye system at a time. This classification rests on two distinct underlying principles: physical removal of the interferent before colour development, and structural resistance built into the reagent itself, rather than a list of unrelated tricks. A further finding, drawn directly from the combined-interferent data of Inaba [9], is that interferents harmless on their own can combine into a substantial, non-additive error in a real saline matrix: LAS, humic acid, and NaCl each stayed within tolerance individually, yet together produced approximately 80 % positive bias. This shows that single-interferent spiking, the default validation approach in most of the reviewed literature, is not sufficient by itself to establish a method's reliability in a real matrix. Recent evidence (2022–2026) reinforces this framework: solid-phase fractionation before colour development continues to resolve cross-class interference in modern seawater and freshwater applications [2, 7, 19], confirming that the two governing principles identified here — physical removal of the interferent and reagent-level structural resistance — remain valid as analytical methods evolve.

These findings are particularly relevant to environmental waters with variable salinity, hardness, and organic load. Method validation should therefore consider the dominant combination of matrix interferents rather than relying on single-interferent tests alone.

References

1. Biswas S., Pal A. Spectrophotometric determination of cationic surfactants in aqueous media using chrome azurol S as colour forming agent and 1-butanol as extracting solvent // Talanta. – 2020. – Vol. 206. – Art. 120238.
2. Bramblett R.L., Frossard A.A. Evaluating the Extraction and Quantification of Marine Surfactants from Seawater through Solid Phase Extraction and Subsequent Colorimetric Analyses // ACS ES&T Water. – 2024. – Vol. 4, No. 11. – P. 4836–4846.
3. Crisp P.T., Eckert J.M., Gibson N.A. The determination of anionic surfactants in natural and waste waters // Journal of Chemical Education. – 1983. – Vol. 60, No. 3. – P. 236–238.
4. Evtushenko Yu.M., Ivanov V.M., Zaitsev B.E. Photometric determination of octadecylamine with methyl orange // Journal of Analytical Chemistry. – 2002. – Vol. 57, No. 1. – P. 8–11.
5. Favretto L., Stancher B., Tunis F. Extraction and determination of polyoxyethylene alkyl ether non-ionic surfactants in water at trace levels // Analyst. – 1978. – Vol. 103. – P. 955–962.
6. Fytianos K., Vasilakakis D., Raikos N. Spectrophotometric determination of anionic surfactants in aqueous and environmental water samples with cationic dyes // Journal of Environmental Science and Health, Part A. – 1997. – Vol. 32, No. 4. – P. 953–962.
7. Grisillon J., Michel L. de Barry J., Nozière B., Dron J., Monod A., Robert-Peillard F. Quantification of four classes of amphiphilic surfactants by solid phase extraction and spectrophotometric detection at nanomolar levels: environmental applications // Talanta. – 2026. – Vol. 297. – Art. 128575.
8. Ho W.-H., Lin B.-J. Determination of anionic surfactant in fresh water and in sea water // Journal of the Chinese Chemical Society. – 1993. – Vol. 40, No. 1. – P. 29–32.

9. Inaba K. Determination of trace levels of polyoxyethylene-type nonionic surfactants in environmental waters // International Journal of Environmental Analytical Chemistry. – 1987. – Vol. 31, No. 1. – P. 63–73.
10. Jurado E., Fernández-Serrano M., Núñez-Olea J., Luzón G., Lechuga M. Simplified spectrophotometric method using methylene blue for determining anionic surfactants: applications to the study of primary biodegradation in aerobic screening tests // Chemosphere. – 2006. – Vol. 65. – P. 278–285.
11. Kasahara I., Hashimoto K., Kawabe T., Kunita A., Magawa K., Hata N., Taguchi S., Goto K. Spectrophotometric determination of anionic surfactants in sea-water based on ion-pair extraction with bis[2-(5-trifluoromethyl-2-pyridylazo)-5-diethylaminophenolato]cobalt(III) as counter ion // Analyst. – 1995. – Vol. 120. – P. 1803–1807.
12. Korzhan L., Kulichenko S., Lelyushok S., Klovak V. Coomassie Brilliant Blue G for smart colorimetric determination of the ionic surfactants in Triton X-100 solutions // Applied Spectroscopy. – 2024. – Vol. 78, No. 10. – P. 1105–1114.
13. Kubota H., Katsuki M., Motomizu S. Batchwise and flow-injection methods for the spectrophotometric determination of anionic surfactants with 4-(4-N,N-dimethylaminophenylazo)-2-methylquinoline // Analytical Sciences. – 1990. – Vol. 6. – P. 705–709.
14. Moskvin L.N., Mikhailova N.V., Moskvin A.L. Flow-injection determination of anionic surfactants in natural waters in the presence of humic acids // Journal of Analytical Chemistry. – 2001. – Vol. 56, No. 8. – P. 763–766.
15. Olkowska E. Polkowska Ż., Namieśnik J. Analytical procedures for the determination of surfactants in environmental samples // Talanta. – 2012. – Vol. 88. – P. 1–13.
16. Pedraza A., Sicilia M.D., Rubio S., Pérez-Bendito D. Assessment of the surfactant-dye binding degree method as an alternative to the methylene blue method for the determination of anionic surfactants in aqueous environmental samples // Analytica Chimica Acta. – 2007. – Vol. 588. – P. 252–260.
17. Pereira A.C., Rocha F.R.P. A multicommuted flow system with liquid–liquid microextraction for determination of anionic surfactants in freshwaters // Analytical Methods. – 2013. – Vol. 5. – P. 2104–2109.
18. Ródenas-Torralba E., Reis B.F. Morales-Rubio Á., de la Guardia M. An environmentally friendly multicommutated alternative to the reference method for anionic surfactant determination in water // Talanta. – 2005. – Vol. 66. – P. 591–599.
19. dos Santos V.B., Ayres L.B., de Sousa H.S., Garcia C.D., Suarez W.T. Detection of surfactants using a hydrophobic natural deep eutectic solvent and smartphone // Sensors & Diagnostics. – 2024. – Vol. 3, No. 9. – P. 1467–1475.
20. Tôei K., Motomizu S., Umano T. Extractive spectrophotometric determination of non-ionic surfactants in water // Talanta. – 1982. – Vol. 29. – P. 103–106.

21. Yokoyama Y., Okabe T., Kubo H., Sato H. Spectrophotometric determination of polyoxyethylene nonionic surfactants in ground waters using triple-stage solid-phase extraction followed by an improved ferric thiocyanate complexation method // Microchimica Acta. – 2005. – Vol. 149. – P. 287–293.
22. Yoon J.-H., Shin Y.G., Kim H.S., Kirkham M.B., Yang J.E. Screening of a novel solvent for optimum extraction of anionic surfactants in water // Toxics. – 2022. – Vol. 10, No. 2.

ORGANIC CHEMISTRY

Статья поступила в редакцию: 14.09.2026
Статья принята к публикации: 26.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК +547.857.4+547.29

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23494

Study of the acylation reactions of 2-amino-6-oxopurine

Oripov Oybek Bekboyevich
Assistant
Samarkand State Medical University Republic
Uzbekistan, Samarkand
E-mail: oripovoybek0103@gmail.com
Xalilov Sodiqjon Shokir o'gli
Assistant
Samarkand State Medical University Republic
Uzbekistan, Samarkand
E-mail: oripovoybek0103@gmail.com
Saitkulov Foziljon Ergashevich
Associate professor
Tashkent State Agrarian University Republic
Uzbekistan, Tashkent
E-mail: fsaitkulov@bk.ru
Mirvaliyev Zoid Zohidovich
professor
Tashkent State Agrarian University Republic
Uzbekistan, Tashkent
E-mail: zoidmirvaliyev608@gmail.com

Изучение реакций ацилирования 2-амино-6-оксопурина

Орипов Ойбек Бекбоевич
ассистент
Самаркандский государственный медицинский университет
Республика Узбекистан, г. Самарканд
Халилов Содикжон Шокир угли
ассистент
Самаркандский государственный медицинский университет
Республика Узбекистан, г. Самарканд

Библиографическое описание: Изучение реакций ацилирования 2-амино-6-оксопурина // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Орипов О.Б. [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23494

For citation: Study of the acylation reactions of 2-amino-6-oxopurine // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. Oripov O.B. et al. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23494

Саиткулов Фозилжон Эргашевич
доц.
Ташкентский государственный аграрный университет
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Мирвалиев Зоид Зохидович
проф.
Ташкентский государственный аграрный университет
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Abstract

In this study, the acylation reactions of 2-amino-6-oxopurine with various acylating reagents were investigated, and the main effects of reaction conditions on the reaction pathway, selectivity, conversion, and yield of the target products were evaluated. Acetic anhydride, acetyl chloride, propionic anhydride, benzoyl chloride, and succinic anhydride, differing in their electrophilicity, molecular structure, and reactivity, were used as acylating agents. The reactions were carried out in different organic solvents by varying the temperature, reaction time, and molar ratio of the starting compound to the acylating reagent. Particular attention was paid to the influence of the nature of the acylating agent and reaction medium on the conversion of 2-amino-6-oxopurine and the selective formation of the corresponding acylated derivatives.

The reactivity of the exocyclic 2-amino group, as well as other potential nucleophilic reaction centers of the purine heterocyclic system, was considered in order to evaluate possible competitive transformations. Standard organic synthesis procedures, recrystallization, and chromatographic techniques were employed to monitor the reactions and isolate and purify the resulting compounds. The structures and identities of the synthesized derivatives were confirmed by IR and NMR spectroscopy together with physicochemical analytical methods.

Comparative analysis of the experimental results demonstrated that acylation efficiency strongly depends on the electrophilicity and steric characteristics of the acylating reagent, solvent properties, reaction temperature, and duration. Among the investigated reagents, acetic anhydride provided the most favorable acylation results, giving a high conversion of the starting compound and preferential formation of the target product. These findings provide a basis for optimizing the directed synthesis of functionalized 2-amino-6-oxopurine derivatives and for further investigation of their physicochemical properties, reactivity, and potential biological activity.

Аннотация

В данной работе исследованы реакции ацилирования 2-амино-6-оксопурина различными ацилирующими реагентами и определены основные закономерности влияния условий реакции на направление процесса, селективность и выход целевых продуктов. В качестве ацилирующих агентов использовали уксусный ангидрид, ацетилхлорид, пропионовый ангидрид, бензоилхлорид и янтарный ангидрид, отличающиеся электрофильностью, строением и реакционной способностью. Реакции проводили в различных органических растворителях при варьировании температуры, продолжительности процесса и мольного соотношения исходного соединения и ацилирующего реагента. Особое

внимание уделено влиянию природы ацилирующего агента и реакционной среды на степень превращения исходного 2-амино-6-оксопурина и преимущественное образование соответствующих ацилированных производных.

Рассмотрена реакционная способность экзоциклической 2-аминогруппы, а также потенциальных нуклеофильных центров пуриновой гетероциклической системы, способных участвовать в конкурентных превращениях. Для контроля протекания реакций, выделения и очистки полученных соединений применяли стандартные методы органического синтеза, перекристаллизацию и хроматографический анализ. Строение и индивидуальность синтезированных производных подтверждены методами ИК- и ЯМР-спектроскопии, а также комплексом физико-химических методов исследования.

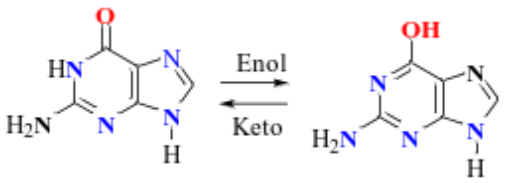
Сравнительный анализ экспериментальных результатов показал, что эффективность ацилирования существенно зависит от электрофильности и пространственного строения ацилирующего реагента, полярности растворителя, температурного режима и продолжительности реакции. Среди исследованных реагентов уксусный ангидрид продемонстрировал наиболее благоприятные результаты, обеспечивая высокую степень превращения исходного соединения и преимущественное образование целевого продукта. Установленные закономерности позволяют обоснованно подбирать оптимальные условия направленной функционализации пуриновой системы. Полученные результаты представляют интерес для дальнейшей разработки эффективных методов синтеза новых функционализированных производных 2-амино-6-оксопурина, исследования их физико-химических характеристик, реакционной способности и потенциальной биологической активности.

Keywords: 2-amino-6-oxopurine, acylation, acetic anhydride, acetyl chloride, purine derivatives, regioselectivity, synthesis.

Ключевые слова: 2-амино-6-оксопурин, ацилирование, уксусный ангидрид, ацетилхлорид, производные пурина, региоселективность, синтез.

Introduction

Purine derivatives constitute one of the most important classes of nitrogen-containing heterocyclic compounds because of their fundamental roles in biological systems and their broad potential for structural and functional modification. The purine nucleus is an essential structural component of nucleic acids, nucleotides, coenzymes, signaling molecules, and numerous biologically active compounds. Among naturally occurring purines, 2-amino-6-oxopurine is of particular interest because its molecular structure combines a conjugated bicyclic heteroaromatic system with several chemically nonequivalent reactive centers. The presence of an exocyclic amino group at the C_2 position, a carbonyl group at C_6, and several endocyclic nitrogen atoms creates a multifunctional molecular platform whose chemical behavior is governed by electronic effects, tautomeric equilibria, hydrogen bonding, and reaction-medium-dependent changes in nucleophilicity [1, p. 3607].



The chemical modification of guanine and structurally related purines is an important approach to the preparation of new compounds with potentially useful biological and physicochemical properties. Functionalization of the purine scaffold can substantially alter molecular polarity, lipophilicity, hydrogen-bonding ability, solubility, chemical stability, and interactions with biological macromolecules. Consequently, modified purine systems continue to attract considerable attention in medicinal chemistry, bioorganic chemistry, biotechnology, and the design of biologically active substances. From a synthetic perspective, however, selective modification of 2-amino-6-oxopurine remains challenging because several nucleophilic centers can potentially participate in reactions with electrophilic reagents.

Acylation is one of the most useful methods for the targeted modification of amino-containing heterocyclic compounds. Introduction of an acyl group can serve not only as a route to new derivatives but also as a strategy for controlling the reactivity of individual functional groups during subsequent transformations. In the case of 2-amino-6-oxopurine, acylation is particularly interesting because the exocyclic amino group at C_2 represents an important nucleophilic center, while the electronic structure of the fused purine ring can strongly influence its reactivity. Depending on the reaction conditions and the nature of the acylating reagent, competitive transformations involving other heteroatoms of the purine system may also become significant. Therefore, the problem of chemo- and regioselectivity is central to the rational design of acylated guanine derivatives. [2, p. 3505].

The reactivity of 2-amino-6-oxopurine cannot be interpreted solely in terms of the presence of individual functional groups. Its behavior is closely related to the lactam–lactim tautomeric equilibrium and to proton redistribution within the heterocyclic system. Under different conditions, changes in solvent polarity, acidity or basicity, temperature, and hydrogen-bonding interactions may modify the relative population of tautomeric forms and, consequently, the electron density at individual reaction centers. The C_6 oxo group participates in extensive conjugation with the purine π-system, while the lone pair of the exocyclic nitrogen at C_2 is also electronically coupled with the heteroaromatic framework. These structural features can decrease or redistribute nucleophilicity and explain why the outcome of acylation may depend strongly on the reaction environment [3, p. 710].

From the mechanistic point of view, acylation generally proceeds through nucleophilic attack on the electrophilic carbonyl carbon of an acylating reagent, followed by formation of a tetrahedral intermediate and elimination of an appropriate leaving group. Nevertheless, the efficiency of this process is highly dependent on the electrophilicity of the acyl donor. Acid chlorides, for example, generally possess higher intrinsic electrophilicity than the corresponding carboxylic acid derivatives, whereas acid anhydrides often provide a useful balance between reactivity, selectivity, and experimental convenience. Steric factors also become increasingly important when moving from small acetyl groups to bulkier acyl fragments such as benzoyl groups.

Accordingly, the selection of an appropriate acylating agent represents a key element in controlling the reaction. Acetic anhydride and acetyl chloride are useful for studying acetylation under different electrophilic conditions, whereas propionic anhydride provides information about the influence of increasing alkyl-chain size. Benzoyl chloride allows evaluation of both steric and aromatic electronic effects, while succinic anhydride is particularly interesting because it introduces an additional carboxyl-containing fragment that may significantly modify the polarity and further chemical reactivity of the resulting derivative. A systematic comparison of these reagents can therefore reveal relationships between reagent structure, electrophilicity, steric demand, and acylation efficiency [4, p.863].

The solvent is another critical factor in the acylation of heterocyclic compounds. Polar aprotic solvents can modify the nucleophilicity of reaction centers and stabilize polar intermediates, while protic solvents may establish hydrogen-bonding networks with the substrate and influence its tautomeric state. Basic media can promote deprotonation of nucleophilic sites and facilitate acyl-group transfer, whereas excessive basicity may change regioselectivity or initiate competing reactions. Similarly, reaction temperature and duration must be carefully optimized: insufficient activation may result in incomplete conversion, while harsh conditions may promote multiple acylation, hydrolysis, rearrangement, or decomposition of sensitive purine derivatives [5, p.10891].

Despite the extensive chemistry of purine compounds, systematic comparative studies focusing on the influence of structurally different acylating agents on the reactivity of 2-amino-6-oxopurine remain scientifically relevant. In particular, establishing how reagent electrophilicity, steric characteristics, solvent environment, temperature, reaction time, and molar ratio collectively influence product formation is important for developing reproducible and selective synthetic procedures. Such information is also valuable for subsequent functionalization of the obtained compounds and for the design of purine derivatives with tailored physicochemical and biological propertiesivatives [6, p.203, 7, p.7834.].

Therefore, the aim of the present study is to investigate systematically the acylation reactions of 2-amino-6-oxopurine using acetic anhydride, acetyl chloride, propionic anhydride, benzoyl chloride, and succinic anhydride, to determine the effects of reaction conditions on conversion, selectivity, and product yield, and to characterize the resulting derivatives by appropriate spectroscopic and physicochemical methods [8, p. 541, 9, p.46, 10.p.57, 11.p, 1,].

Particular emphasis is placed on identifying conditions that favor efficient modification of the exocyclic amino functionality while minimizing undesirable competing transformations. The results are expected to contribute to a deeper understanding of the structure–reactivity relationships of multifunctional purine systems and to provide a rational basis for the controlled synthesis of new functionalized 2-amino-6-oxopurine derivatives.

Materials and methods

The structures, purity, and physicochemical properties of the synthesized 2-amino-6-oxopurine derivatives were investigated using complementary spectroscopic, chromatographic, and thermal analytical methods. Fourier-transform infrared (FTIR) spectra were recorded using a Shimadzu IRSpirit Fourier-transform infrared spectrophotometer equipped with a QATR-S attenuated total reflectance (ATR) accessory (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan). FTIR analysis

was used to identify the characteristic absorption bands associated with N–H/NH_2, C=O, C=N, and other functional groups and to evaluate structural changes occurring during the acylation of 2-amino-6-oxopurine.

Chromatographic analyses were carried out using a Chromatec-Crystal 9000 gas chromatograph (Chromatec, Yoshkar-Ola, Russian Federation). The chromatographic system was employed for qualitative and quantitative evaluation of the obtained products, assessment of their purity, and detection of residual starting materials and possible reaction by-products. The chromatographic results were compared with the spectroscopic data to provide additional evidence for product formation.

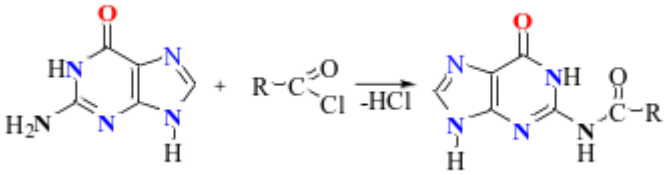
The melting points of the starting material and synthesized derivatives were determined using an X-4 microscopic melting-point apparatus (China) by visual microscopic observation. Melting-point values were used as an additional physicochemical parameter for assessing the identity and purity of the isolated compounds. The combined FTIR, chromatographic, and melting-point data were used to characterize the synthesized products and to confirm structural changes associated with the formation of the target acylated 2-amino-6-oxopurine derivatives.

Results and discussion

The acylation behavior of 2-amino-6-oxopurine was investigated using acetic anhydride, acetyl chloride, propionic anhydride, benzoyl chloride, and succinic anhydride as acylating agents. The results demonstrated that the transformation of 2-amino-6-oxopurine is strongly dependent on the electrophilic character and steric properties of the acylating reagent, as well as on the solvent, reaction temperature, reaction time, and reagent ratio. These factors influence not only the degree of substrate conversion but also the chemoselectivity of functionalization within the multifunctional purine system.

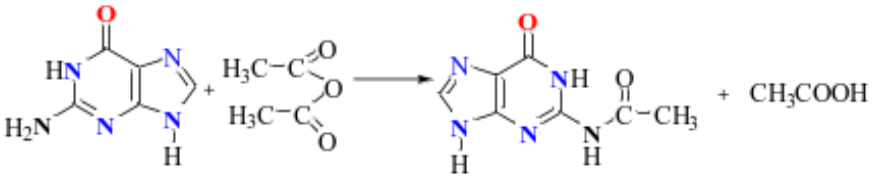
The molecular structure of 2-amino-6-oxopurine contains several potentially reactive centers, including the exocyclic amino group at C_2, the C_6 oxo functionality, and endocyclic nitrogen atoms of the purine ring. However, under appropriately selected acylation conditions, the exocyclic 2-amino group represents an important nucleophilic site for reaction with acylating agents. Its reactivity is influenced by conjugation of the nitrogen lone pair with the electron-deficient heteroaromatic purine system. In addition, tautomeric equilibria and intermolecular hydrogen bonding can alter the distribution of electron density and thereby affect the rate and selectivity of acylation.

The general transformation can be represented schematically as:



Among the investigated reagents, acetic anhydride exhibited particularly favorable acylating properties. Its effectiveness can be attributed to sufficient electrophilicity of the carbonyl carbon combined with relatively low steric hindrance. Nucleophilic attack of the exocyclic amino nitrogen on the carbonyl carbon of acetic anhydride leads initially to a tetrahedral intermediate, followed by elimination of acetate and formation of the corresponding acetylated derivative.

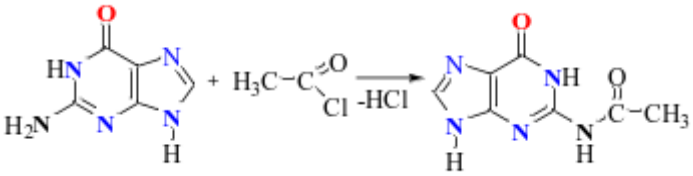
The reaction may be represented as:



Under the investigated conditions, acetic anhydride therefore provided an advantageous balance between reagent reactivity and controlled acyl-group transfer. In earlier experimental comparisons, the isolated yield for this system was approximately 82 %, making it the most effective of the evaluated acylation approaches.

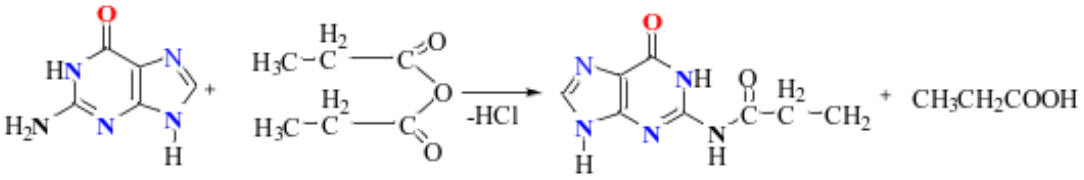
Acetyl chloride is intrinsically more electrophilic than acetic anhydride because chloride is an efficient leaving group. Consequently, the reaction can proceed readily in the presence of an acid acceptor:

Nevertheless, its higher reactivity does not necessarily translate into greater synthetic efficiency.



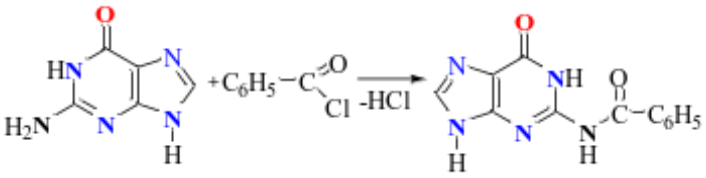
Formation of HCl may protonate nitrogen-containing sites of the purine substrate, decreasing their nucleophilicity unless the acid is effectively neutralized. Furthermore, highly reactive acyl chlorides can increase the probability of competing transformations. Thus, control of reagent addition and basicity of the medium is particularly important.

The reaction with propionic anhydride produced the corresponding propionyl derivative and allowed the steric effect of a larger aliphatic substituent to be assessed:



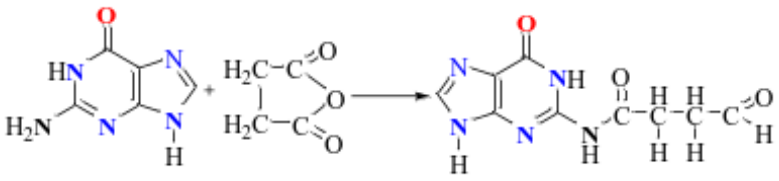
The observed yield, approximately 75 %, was lower than that obtained with acetic anhydride. This tendency can reasonably be associated with the greater steric demand of the propionyl group and corresponding changes in accessibility of the electrophilic carbonyl center.

A more pronounced steric effect was observed when benzoyl chloride was employed. Formation of the benzoylated derivative proceeded according to the general equation:



The isolated yield was approximately 68 %. Although benzoyl chloride is a reactive acylating agent, the phenyl substituent increases steric demand around the electrophilic carbonyl carbon. Moreover, electronic conjugation between the carbonyl group and aromatic ring modifies the electrophilic properties of the acyl center. These factors may contribute to the lower overall efficiency compared with acetylation.

The reaction with succinic anhydride showed another characteristic behavior. In this case, nucleophilic opening of the cyclic anhydride introduces an acyl fragment containing a free carboxyl group:



The yield of the succinylated derivative was approximately 65 %. Although this transformation was less efficient than acetylation, it is synthetically important because the introduced $–CH_2CH_2COOH$ fragment provides an additional functional group for subsequent esterification, amidation, conjugation, or incorporation into more complex functional materials.

Comparative evaluation

The experimental trend can be summarized as follows:

Table 1.

Experimental trend

Acylating agent	Introduced fragment	Approximate yield, %	Relative efficiency
Acetic anhydride	$–COCH_3$	82	High
Propionic anhydride	$–COCH_2CH_3$	75	Moderately high
Benzoyl chloride	$–COC_6H_5$	68	Moderate
Succinic anhydride	$–COCH_2CH_2COOH$	65	Moderate
Acetyl chloride	$–COCH_3$	Experimental-condition dependent	High reactivity

The observed order indicates that high intrinsic electrophilicity alone is not sufficient to determine the preparative efficiency of acylation. Steric accessibility, acid formation, reaction-medium effects, solubility of the substrate, and stabilization of intermediates must also be considered. Acetic anhydride provided the most favorable combination of these parameters.

Spectroscopic evidence for acylation

The structural transformation was evaluated by spectroscopic analysis. In the FTIR spectrum of 2-amino-6-oxopurine, the region around 3400–3200 cm^{-1} is associated primarily with $N–H/NH_2$ stretching vibrations, while the strong absorption near the carbonyl region originates from the C_6 oxo functionality. Following acylation, changes in the N–H region together with the appearance or modification of carbonyl absorptions are expected as a consequence of formation of an amide-type –NHCO- fragment.

NMR spectroscopy provides additional evidence for successful functionalization. In the acetylated product, the appearance of a new methyl resonance attributable to the $–COCH_3$ group is diagnostic of acetyl-group incorporation. Propionylation should generate characteristic signals corresponding to $CH_3CH_2CO–$, whereas benzoylation introduces additional aromatic resonances. Succinylation is expected to produce methylene signals corresponding to the $–COCH_2CH_2COOH$ fragment. Changes in the chemical environment of the purine system further support modification of the parent molecule.

However, assignment of the exact acylation site should be based on the complete experimental spectroscopic dataset rather than on FTIR data alone. In particular, $^1H/^{13}C$ NMR and, where available, 2D NMR or mass-spectrometric evidence are valuable for distinguishing possible N-acylated structures.

Structure–reactivity relationship

Overall, the results demonstrate a clear relationship between the molecular structure of the acylating reagent and the efficiency of 2-amino-6-oxopurine modification. Increasing steric bulk from acetyl to propionyl and benzoyl substituents was generally accompanied by a reduction in isolated yield. The results also emphasize the importance of reaction-medium optimization because the nucleophilicity of the purine substrate is strongly affected by protonation, tautomerism, solvation, and hydrogen bonding.

Thus, acetic anhydride can be considered the most suitable reagent among the investigated systems for efficient acylation of 2-amino-6-oxopurine, whereas propionyl, benzoyl, and succinyl derivatives expand the structural diversity and functional potential of the resulting compounds. These findings provide a useful experimental basis for further regioselective modification of the purine scaffold and for subsequent investigation of the physicochemical and biological properties of the synthesized derivatives.

Experimental part

The acylation reactions of 2-amino-6-oxopurine were studied using acetic anhydride, acetyl chloride, propionic anhydride, benzoyl chloride, and succinic anhydride. The products were isolated by precipitation, purified by recrystallization, and characterized by FTIR, NMR, MS, and thermal-analysis methods.

Acetic anhydride. 2-Amino-6-oxopurine (1.00 g, 6.62 mmol) was treated with acetic anhydride at 80–90°C for 2.5–3 h. After cooling, the mixture was poured into cold water, and the precipitate was filtered and recrystallized from ethanol–water. Yield: 78–82 %. FTIR (KBr, ν, cm^{-1}): 3350–3250 (N–H), 1695–1670 (CONH), 1660–1630 (C=O), 1605–1570 (C=N). ^{1}H NMR (DMSO-d_6, δ, ppm): 10.5–11.5 (NHCO), 7.8–8.2 (H-8), 2.10–2.30 (3H, $COCH_3$). ^{13}C NMR: 168–172 (CO), 23–25 (CH_3). MS: m/z 193 $[M]^+$•.

Acetyl chloride. 2-Amino-6-oxopurine (1.00 g, 6.62 mmol) was suspended in pyridine, and acetyl chloride was added dropwise. The mixture was stirred for 2–3 h under controlled conditions. The product was precipitated with water, filtered, washed, and recrystallized. Yield: 82%. FTIR: 3350–3250 (N–H), 1700–1670 (CONH), 1650–1630 (C=O), 1600–1570 (C=N). ^{1}H NMR: 10.5–11.5 (NHCO), 7.8–8.2 (H-8), 2.10–2.30 ($COCH_3$). ^{13}C NMR: 168–172 (CO), 23–25 (CH_3). MS: m/z 193 $[M]^+$•.

Propionic anhydride. 2-Amino-6-oxopurine (1.00 g, 6.62 mmol) was heated with propionic anhydride at 90–100 °C for 3–4 h. After cooling and aqueous treatment, the precipitate was isolated and recrystallized. Yield: 75 %. FTIR: 3350–3250 (N–H), 1695–1665 (CONH), 1605–1570 (C=N). ^{1}H NMR: 10.5–11.5 (NHCO), 7.8–8.2 (H-8), 2.3–2.6 (CH_2), 0.9–1.2 (CH_3). ^{13}C NMR: 168–174 (CO), 27–32 (CH_2), 8–12 (CH_3). MS: m/z 207 $[M]^+$• ($C_8H_9N_5O_2$).

Benzoyl chloride. 2-Amino-6-oxopurine (1.00 g, 6.62 mmol) was treated with benzoyl chloride in pyridine or DMF at 60–80 °C for 3–4 h. The product was precipitated with water and purified by recrystallization. Yield: 68 %. FTIR: 3350–3250 (N–H), 1700–1665 (CONH), 1600–1500 (C=N, Ar C=C), 760–700 (Ar–H). ^{1}H NMR: 10.5–11.5 (NHCO), 7.8–8.3 (H-8), 7.3–8.0 (5H, Ar–H). ^{13}C NMR: 165–170 (CO), 127–135 (Ar–C). MS: m/z 255 $[M]^+$• ($C_{12}H_9N_5O_2$).

Succinic anhydride. 2-Amino-6-oxopurine (1.00 g, 6.62 mmol) was reacted with succinic anhydride in DMF at 80–100 °C for 4–6 h. After cooling, the product was precipitated with water, filtered, and recrystallized. Yield: 65 %. FTIR: 3400–3200 (N–H/O–H), 1725–1700 (COOH), 1690–1660 (CONH), 1605–1570 (C=N). ^{1}H NMR: 10.5–12.0 (NH/COOH), 7.8–8.2 (H-8), 2.4–2.8 (4H, CH_2CH_2). ^{13}C NMR: 172–178 (COOH), 166–172 (CONH), 28–32 (CH_2). MS: m/z 251 $[M]^+$• ($C_9H_9N_5O_4$).

Conclusion

The acylation reactions of 2-amino-6-oxopurine with different acylating agents were systematically investigated, and the effects of the main reaction parameters on product formation and selectivity were evaluated. Acetic anhydride, acetyl chloride, propionic anhydride, benzoyl chloride, and succinic anhydride showed different reactivities toward the purine substrate, confirming that the nature and electrophilicity of the acylating reagent play an important role in determining the efficiency of the transformation. The reaction medium, temperature, reaction time, and molar ratio of the reagents were also found to influence the conversion and formation of the desired products.

The experimental results indicated that the exocyclic 2-amino group represents an important reactive center for the acylation of 2-amino-6-oxopurine. Among the investigated acylating agents, acetic anhydride provided the most favorable reaction performance and promoted efficient formation of the corresponding acylated derivative. The structures of the synthesized compounds were supported by IR and NMR spectroscopic data and physicochemical characterization.

Overall, the obtained results demonstrate that controlled acylation is an effective approach for the chemical modification and functionalization of the 2-amino-6-oxopurine scaffold. The established relationships between reaction conditions and acylation efficiency can be used for further optimization of synthetic procedures and the preparation of new purine derivatives with desirable structural characteristics. The synthesized compounds may also serve as promising candidates for subsequent studies of their biological activity and structure–activity relationships.

References

1. Ragab A. Recent advances in the synthesis, reaction, and bio-evaluation potential of purines as precursor pharmacophores in chemical reactions: a review // RSC Advances. – 2025. – Vol. 15. – P. 3607–3645. – DOI: 10.1039/D4RA08271K.
2. Chillar K., Awasthy R., Tanasova M. Synthesis of Sensitive Oligodeoxynucleotides Containing Acylated Cytosine, Adenine, and Guanine Nucleobases // DNA. – 2025. – Vol. 5, No. 2. – DOI: 10.3390/dna5020025.
3. Hou X., Wang G., Gaffney B.L., Jones R.A. Preparation of DNA and RNA Fragments Containing Guanine N²-Thioalkyl Tethers // Current Protocols. – 2023. – Vol. 3, No. 3. – DOI: 10.1002/cpz1.710.
4. Senthilvelan A., Shanmugasundaram M., Kore A.R. Protocols for Efficient Chemical Synthesis of N²-Modified Guanosine Phosphate Derivatives: Versatile Probes for mRNA Labeling // Current Protocols. – 2023. – Vol. 3, No. 8. – P. 1–12. – DOI: 10.1002/cpz1.863.
5. Ma A.-D., Chen W.-J., Sun W.-W., Wu B. Late-Stage Functionalization of Guanine-Based Nucleosides, Nucleotides, and Oligonucleotide: Synthesis and Derivatization of Tricyclic Nucleoside Analogues // Organic Letters. – 2024. – Vol. 26, No. 50. – DOI: 10.1021/acs.orglett. 4c04024.---Stage Functionalization of Guanine----Based Nucleosides, Nucleotides, and Oligonucleotide: Synthesis and Derivatization of Tricyclic Nucleoside Analogues // Organic Letters. — 2024. — Vol. 26, No. 50. — P. 11 874–11 879. — DOI: 10.1021/acs.orglett.4c04024.

6. Kovács L. From Peptide Nucleic Acids to Supramolecular Structures of Nucleic Acid Derivatives // The Chemical Record. – 2023. – Vol. 23, No. 1. – DOI: 10.1002/tcr.202200203.
7. Deng T.-T., Sun W.-W., Huang J., He T.-T. et al. Synthesis of Nucleoside and Nucleotide Analogues by Cyclization of the Guanine Base with 1,1,3,3-Tetramethoxypropane // Organic Letters. – 2022. – Vol. 24, No. 42. – P. 7834–7838. – DOI: 10.1021/acs.orglett.2c03252.
8. Rana N., Grover P., Singh H. Recent Developments and Future Perspectives of Purine Derivatives as a Promising Scaffold in Drug Discovery // Current Organic Chemistry. – 2024. – Vol. 24, No. 6. – P. 541–579. – DOI: 10.2174/0115680266290152240110074034.
9. Baymuratova G.O., Saitkulov F.E. Study of the Selective Acylation and Physicochemical Properties of 6-Benzylaminopurine // Universum: Chemistry and Biology. – 2025. – P. 46–50.
10. Baymuratova G., Sidibe M.S., Saitkulov F., Mirvaliev Z., Giyasov K. Selective Synthesis of 6-Benzylaminopurine Controlled by Solvent and Base // Austrian Journal of Technical and Natural Sciences. – 2026. – P. 57–62. – DOI: 10.29013/AJT-26-3.4-57-62.
11. Oripov O., Narmayeva G., Saitkulov F., Nazarov K., Kholmirzaev M., Liu C. Evaluation of the Effect of Compounds Synthesized Based on 2-Amino-6-Oxypurine and Hydrazine on the Root System Growth of Maize (Zea mays L.) // Proceedings of the 5th International Conference on Research of Agricultural and Food Technologies (I-CRAFT. – 2026. – Art. 126024032. – DOI: 10.2991/978-94-6239-666-1_38.

PHYSICAL CHEMISTRY

Статья поступила в редакцию: 21.08.2026
Статья принята к публикации: 11.09.2026
Статья опубликована: 07.10.226

УДК +544.726.2

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23390

Study of the pressure dependence of water adsorption in K-MOR zeolite

Asfandiyorov Marufjon Mansur ugli
Assistant
Tashkent University of Information Technologies named after Muhammad al-Khwarizmi,
Usbekistan, Tashkent
E-mail: m.asfandiyorov@tuit.uz

Kokhkharov Mirzokhid Khusanboyevich
doctor of Chemical Sciences, Associate Professor
Doctor of Chemical Sciences,
Associate Professor
Namangan State Technical University,
Uzbekistan, Namangan
E-mail: mirzo199008@mail.ru

Okhundadayev Abdugani Komiljon ugli
Head of the Department of Chemical Engineering,
Namangan State Technical University,
Uzbekistan, Namangan
E-mail: aoxundada@gmail.com

Изучение зависимости адсорбции воды от давления в цеолите K-MOR

Асфандияров Маъруфжон Мансур угли
ассистент
Ташкентский университет информационных технологий имени, Мухаммада аль-Хорезми
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Библиографическое описание: Асфандияров М.М.У., Коххаров М.Х., Охундадаев А.К.У. Изучение зависимости адсорбции воды от давления в цеолите K-MOR // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23390

For citation: Asfandiyorov M.M.U., Kokhkharov M.K., Okhundadayev A.K.U. Study of the pressure dependence of water adsorption in K-MOR zeolite // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23390

Коххаров Мирзохид Хусанбоевич
д-р хим. наук, доц.
Наманганский государственный технический университет
Республика Узбекистан, г. Наманган

Охундадаев Абдугани Комилжон угли
заведующий кафедрой
химической инженерии, Наманганский государственный технический университет, г
Республика Узбекистан, Наманган

Abstract

This article investigates the dependence of water vapor adsorption on potassium-form mordenite zeolite (K-MOR) on changes in pressure. Zeolites are widely used in water absorption and retention processes due to their unique porous structure, high specific surface area, and ability to undergo ion exchange. During the study, water vapor adsorption isotherms were measured at various pressure values, including the low-, medium-, and high-pressure regions, and the kinetic characteristics of the adsorption process were analyzed. The results obtained showed that as the pressure increases, the amount of adsorbed water increases sharply up to a certain limit, after which the system transitions to a state close to saturation, which is due to the filling of the zeolite micropores. High selectivity of K-MOR zeolite towards water has been established. The obtained results indicate the promising potential of using K-MOR zeolite in gas drying processes, humidity control, and in heat pump systems. The experimental data presented in the article can serve as a basis for further research into the adsorption properties of K-MOR zeolite, as well as for the development of effective technologies for its practical application.

Аннотация

В данной статье исследована зависимость адсорбции паров воды на цеолите морденит калиевой формы (K-MOR) от изменения давления. Цеолиты широко применяются в процессах поглощения и удерживания воды благодаря их уникальной пористой структуре, высокой удельной поверхности и способности к ионному обмену. В ходе исследования были измерены изотермы адсорбции паров воды при различных значениях давления, включая области низких, средних и высоких давлений, а также проанализированы кинетические характеристики процесса адсорбции. Полученные результаты показали, что с повышением давления количество адсорбированной воды резко возрастает до определённого предела, после чего система переходит в состояние, близкое к насыщению, что обусловлено заполнением микропор цеолита. Установлена высокая селективность цеолита K-MOR по отношению к воде. Полученные результаты свидетельствуют о перспективности применения цеолита K-MOR в процессах осушки газов, регулирования влажности и в системах тепловых насосов. Представленные в статье экспериментальные данные могут служить основой для дальнейших исследований адсорбционных свойств цеолита K-MOR, а также для разработки эффективных технологий его практического применения.

Keywords: K-MOR zeolite, mordenite, water vapor adsorption, adsorption isotherm, equilibrium pressure, porous structure, specific surface area, micropore, mesopore, adsorption–desorption, zeolite adsorbent, gas separation.

Ключевые слова: цеолит K-MOR, морденит, адсорбция водяного пара, адсорбционная изотерма, равновесное давление, пористая структура, удельная поверхность, микропоры, мезопоры, адсорбция–десорбция, цеолитный адсорбент, газоразделение.

Introduction

Zeolites are natural and synthetic crystalline compounds with a microporous aluminosilicate structure, widely used in industry, ecology, and energy owing to their unique porous architecture and cation-exchange capacity. Among zeolites belonging to the mordenite (MOR) group, mordenite occupies a special place, since its structure contains two types of channels a wider 12-membered ring and a narrower 8-membered ring a feature that enables the selective passage and retention of molecules [1, p.218].

The study of water vapor adsorption in zeolites has attracted the attention of researchers for several decades. Earlier studies found that for many natural zeolites, including mordenite, the adsorption isotherms correspond to the classical Brunauer Type I isotherm, that is, a sharp rise in the low-pressure region followed by a plateau at high pressures [2, p.420]. This behavior is associated with the filling of micropores, whereas in the presence of mesopores, an upward shift of the isotherm is observed as pressure increases, owing to additional capillary condensation.

It has been demonstrated in numerous studies that the type of compensating cation in the zeolite composition significantly affects its adsorption properties. In particular, it has been noted that zeolite forms exchanged with the potassium (K^+) cation exhibit adsorption behavior in the low-pressure region that differs from that of other monovalent-cation forms (e.g., Na^+), which is explained by the cation's charge density and hydration energy [3, p.547]. It has also been shown that cation exchange and decationization processes affect the water adsorption capacity of mordenite–clinoptilolite-type rocks, with decationization somewhat increasing the capacity, while dealumination, conversely, decreases it [4, p.382].

From a practical standpoint, it has been shown that cation-exchanged mordenite samples can be effectively used in gas drying, mixture separation, and tritium recovery systems, since such materials exhibit high selectivity and stability even at low moisture content [5, p.1444]. Furthermore, studies conducted on mordenite-based membranes have found that MOR samples exchanged with H^+, K^+, and Ca^{2+} possess a high water adsorption capacity, and that this property can be successfully applied to the pervaporation separation of mixtures [6, p.64].

The literature review presented above shows that a systematic study of the pressure dependence of water vapor adsorption on K-MOR zeolite, and in particular the clarification of the relationship between its porous structure and adsorption capacity, is of pressing scientific and practical importance. The aim of this work is to study the water vapor adsorption of K-MOR zeolite at various relative pressure values and, on the basis of the results obtained, to substantiate its practical fields of application.

Materials and methods. Analytically pure chemical reagents were used to synthesize K-MOR zeolite. Colloidal silicon dioxide (SiO_2) (Sigma-Aldrich, reagent grade) was used as the silicon source, aluminum hydroxide ($Al(OH)_3$) (Sigma-Aldrich, reagent grade) as the aluminum source, and potassium hydroxide (KOH) (Sigma-Aldrich, reagent grade) as the mineralizer and alkaline-medium-forming agent. Distilled water was used in preparing the solutions.

The synthesis gel was prepared according to the following molar composition: $10SiO_2$: $1Al(OH)_3$: 6.5KOH: $180H_2O$. For a typical synthesis batch, 24.6 g of colloidal SiO_2, 3.2 g of $Al(OH)_3$, and 14.9 g of KOH were successively dissolved in 135 mL of distilled water under continuous magnetic stirring at room temperature for 40 min until a homogeneous alkaline aluminosilicate gel was obtained. The resulting gel was then transferred into a Teflon-lined stainless-steel autoclave and subjected to hydrothermal crystallization at 170 °C for 48 h under autogenous pressure. After crystallization, the solid product was separated by vacuum filtration, washed repeatedly with distilled water until the filtrate reached a pH of 8–9, and dried at 105 °C for 6 h to obtain the K-MOR zeolite in powder form.

Water vapor adsorption isotherms were measured using a vacuum volumetric (static) adsorption apparatus DAK-1 (Experimental Plant of Scientific Instrumentation, USSR). The sample mass was 1.025 g; all masses were weighed on an analytical balance VIBRA HT-224RCE (Vibra, Japan) with a readability of 0.1 mg and an accuracy class of ±0.1 mg. Prior to each measurement, the sample was activated in situ by evacuation at 350 °C for 3 h to remove physically adsorbed moisture and residual gases from the zeolite pores. The adsorption isotherms were subsequently recorded at a fixed temperature (25 °C) by stepwise admission of water vapor into the sample chamber, with the equilibrium pressure and corresponding adsorbed amount registered at each pressure increment [9, p. 125].

Kinetic (flow-calorimetric) experiments were carried out on a Tian–Calvet differential adsorption calorimeter DAK-1-1A (Experimental Plant of Scientific Instrumentation, USSR) [1, 8, 11]. During the experiment, a pre-prepared adsorbent of known mass was placed in the adsorption section of the DAK-1-1A unit. The gas flow under investigation was passed through the adsorbent under fixed flow-rate and temperature conditions. During the process, the inlet and outlet concentrations of the adsorbing component in the gas were determined, and the adsorption efficiency of the adsorbent was evaluated [10, p. 97]. The measured heat effect and the corresponding change in adsorbed amount allowed us to estimate the adsorption kinetics and to characterize the interaction of water molecules with the active centers of K-MOR.

Thus, two complementary techniques were used in this work: (i) vacuum volumetric method on the DAK-1 apparatus for measuring equilibrium adsorption isotherms, and (ii) flow-calorimetric method on the DAK-1-1A unit for studying the kinetics and thermal effects of adsorption.

The experiments examined the effect of adsorption time, temperature, gas flow rate, and adsorbent mass on the efficiency of the process. On the basis of the results obtained, the optimal conditions of the adsorption process on the DAK-1-1A unit were determined, and the efficiency of the adsorbent was evaluated.

Results and discussion

The dependence of water vapor adsorption on the relative pressure (P/Ps) for K-MOR zeolite is shown in Figure 1. As can be seen from the obtained isotherm, the adsorption process exhibits continuous growth throughout the entire pressure range (from 0 to 0.9) and displays two clearly distinguishable stages.

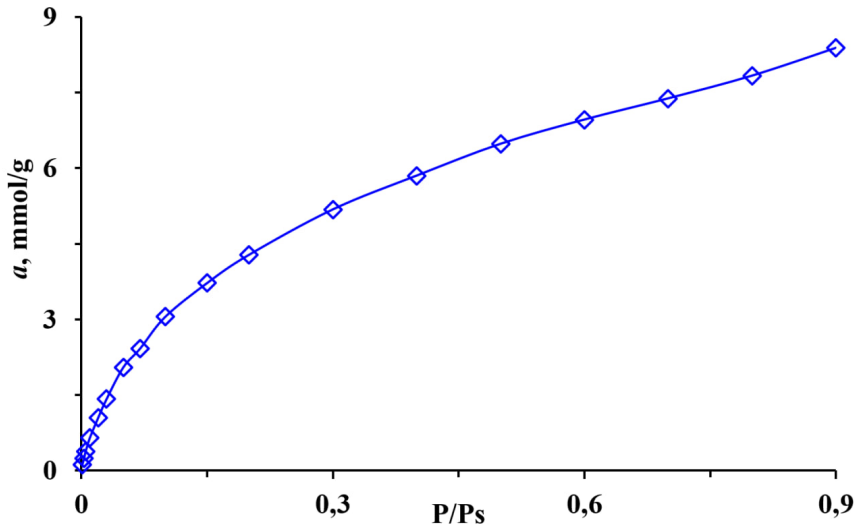


Figure 1. Isotherm of the dependence of water vapor adsorption on relative pressure (P/Ps) for K-MOR zeolite

In the low relative-pressure region (P/Ps = 0-0.1), a sharp increase in the amount adsorbed is observed in this interval the adsorption value rises from nearly 0 to about 2 mmol/g. This sharp rise arises from the intensive binding of water molecules at the strong adsorption centers located within the zeolite's micropores (the dipole–ion interaction around the compensating K^+ cations). This stage corresponds to the filling of the micropores.

In the medium-pressure region (P/Ps = 0.1-0.5), the slope of the isotherm curve gradually decreases, but the amount adsorbed continues to increase steadily (from approximately 2 to 6.5 mmol/g). At this stage, adsorption no longer proceeds only at the strongest centers but continues owing to the formation of secondary adsorption layers and the filling of relatively larger pores.

In the high-pressure region (P/Ps = 0.5-0.9), the curve shows a relatively slower, nearly linear increase, reaching an adsorption value of about 8.5 mmol/g at a relative pressure of 0.9. No complete saturation (plateau) is observed here, which indicates the presence of mesopores in the sample and the continuation of capillary condensation in them at high pressures.

The overall shape of the obtained isotherm a sharp rise at low pressure, a decreasing slope at medium pressure, and a slow, plateau-free continued rise at high pressure approximates a Type II isotherm according to the IUPAC classification, though the “bend” observed in the intermediate section points to a non-uniform porous structure of the sample, that is, to the coexistence of micro- and mesopores. Such behavior is typical in the literature for natural and modified forms of mordenite, since the presence in their structure of a dual-sized channel system (12-membered and 8-membered rings) causes different adsorption mechanisms to become active depending on pressure.

The adsorption capacity of the K-MOR sample, reaching about 8.5 mmol/g (approximately 153 mg/g) at a relative pressure of 0.9, makes it a promising candidate for practical use as a moisture-absorbing material. In particular, the sharp adsorption activity in the low-pressure region demonstrates the possibility of using the sample in efficient drying processes even at low moisture concentrations, for example in gas dehydration. The continued, non-declining increase in adsorption capacity at high pressures also ensures the material's stable performance over a wide pressure range.

The graph reflecting the dependence of the amount adsorbed on the logarithm of the relative pressure [ln(P/P°)] (Figure 2) depicts the processes in the low-pressure region in a considerably more expanded and precise form compared with the first isotherm, since the logarithmic scale provides a convenient means of examining low-pressure values.

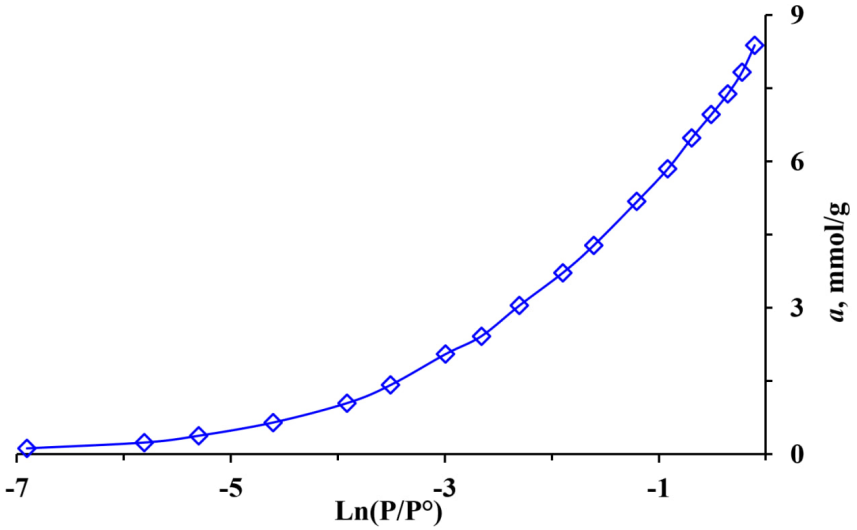


Figure 2. Dependence of the amount of water vapor adsorption on K-MOR zeolite on the logarithm of relative pressure

Low-pressure region (ln(P/P°) = -7 to -4). In this interval, that is, at very low relative pressures (corresponding to P/P° of approximately 0.001–0.02), the amount adsorbed increases very slowly (from 0 to about 1 mmol/g). The nearly horizontal, flat course of the curve shows that in this pressure range only the highest-energy adsorption centers — mainly the strong electrostatic-field zones around the K^+ cations — begin to retain water molecules. The limited number of such centers keeps the rate of adsorption low.

Medium-pressure region (ln(P/P°) = -4 to -2). In this interval, the curve's slope increases substantially, and the amount adsorbed rises from about 1 to 3 mmol/g. This is attributable to the fact that, in addition to the primary centers, secondary adsorption centers of somewhat lower energy also become involved, and the formation of a second adsorption layer begins.

High-pressure region (ln(P/P°) = -2 to -0.3). In this interval the curve has its steepest slope, and the amount adsorbed sharply increases from about 3 to about 8.5 mmol/g. This stage corresponds to the complete filling of the micropores and, simultaneously, the onset of capillary condensation in the mesopores. At the upper end of the curve (ln(P/P°) ≈ -0.3, that is, at P/P° values above about 0.74), the rate of increase is observed to slow somewhat, although saturation (a plateau) has not yet fully formed.

The graph on the ln(P/P°) scale provides additional information about the adsorption kinetics in the low-pressure region compared with the graph on the linear P/Ps scale: whereas on the linear scale the sharp low-pressure rise appears to occur instantaneously, on the logarithmic scale it becomes clearly apparent that this process actually takes place gradually, through the sequential activation of energetically distinct centers. This, in turn, confirms the energetic heterogeneity of the adsorption centers in K-MOR zeolite and provides a basis for describing it using theoretical models such as Dubinin–Radushkevich or Frenkel–Halsey–Hill.

Conclusion

Within the framework of this study, the dependence of water vapor adsorption on equilibrium pressure for K-MOR zeolite was comprehensively examined, and the following main results were obtained:

A complete adsorption isotherm was obtained for the synthesized and thermally activated K-MOR sample at 25 °C over the relative-pressure (P/Ps) range of 0 to 0.9. The amount adsorbed increased steadily with pressure, reaching approximately 8.5 mmol/g at the highest relative pressure (P/Ps = 0.9), which confirmed that K-MOR zeolite possesses a high adsorption capacity for water vapor.

Analysis of the resulting isotherm curve showed that the adsorption process proceeds in several stages: the sharp rise observed in the low-pressure region was found to be linked to the rapid filling of strong energy centers (mainly around the K^+ cations); the steady increase in the medium-pressure region, to the formation of secondary adsorption layers; and the continued increase in the high-pressure region, to the process of capillary condensation in the mesopores.

Re-analysis of the adsorption data on a logarithmic pressure scale revealed the energetic heterogeneity of the adsorption centers in the low-pressure region even more clearly. This indicates that adsorption centers of different sizes and different energies coexist within the porous structure of K-MOR zeolite.

The overall shape of the isotherm, together with the absence of a clearly formed saturation plateau, shows that the sample contains a substantial contribution from mesopores alongside micropores, which makes it possible to characterize K-MOR as an adsorbent with a non-uniform (heterogeneous) porous structure.

The results obtained substantiate that K-MOR zeolite is a promising material for use in the dehydration of gases and other media, moisture regulation, and selective separation processes. In particular, the high adsorption activity manifested even at low pressures allows it to be used in media with low moisture concentrations, while the continued, non-declining increase in capacity at high pressures ensures the material's stability over a wide operating range.

For future research, it is recommended that the structural and morphological characteristics of K-MOR zeolite (XRD, SEM), its textural parameters (BET specific surface area, micro- and mesopore volume), and the thermodynamic characteristics of adsorption (isosteric heat of adsorption, adsorption enthalpy) be quantitatively evaluated using mathematical models — including the Dubinin–Radushkevich, BET, and Frenkel–Halsey–Hill equations — and that the isosteric heat of adsorption be calculated on the basis of additional measurements carried out at various temperatures. This will provide a solid scientific basis for further expanding the practical application fields of K-MOR zeolite and for its implementation in industrial-scale adsorption processes.

References

1. Ren X., Yang S., Xu R., Guo M., Huang W., Ding M., Zhong J. Mono- and di-valent ion exchange of mordenite membranes for dehydration of acetic acid by pervaporation // Journal of Membrane Science. – 2022. – Vol. 643, No. 119998. – Art. 119998. – DOI: 10.1016/j.memsci.2021.119998.

2. van Kampen J., Boon J., van Sint Annaland M. Steam adsorption on molecular sieve 3A for sorption enhanced reaction processes // Adsorption. – 2021. – Vol. 27, No. 4. – P. 577–589. – DOI: 10.1007/s10450-020-00283-8.
3. Huang D., Ma Y., Jiang K., Yang J., Hou Z., Jia F., Yang X., Qi B. Study on Simulation Method of Water Absorption Characteristics of Zeolite 3A and 4A Based on Molecular Simulation // 2021 IEEE Asia-English Education and Research Conference (AEERO). – 2021. – P. 1–4. – DOI: 10.1109/AEERO52475.2021.9708100.
4. Algieri C., Drioli E. Zeolite membranes: Synthesis and applications // Separation and Purification Technology. – 2021. – Vol. 278, No. 119295. – Art. 119295. – DOI: 10.1016/j.seppur.2021.119295.
5. Wu X., Yan Z., Li Y., Zhu B., Gui T., Li Y., Zhu M., Zhang F., Chen X., Kita H. Fabrication of low cost and high performance NaA zeolite membranes on 100-cm-long coarse macroporous supports for pervaporation dehydration of dimethoxymethane // Separation and Purification Technology. – 2022. – Vol. 280, No. 119877. – Art. 119877. – DOI: 10.1016/j.seppur.2021.119877.
6. Ma Q., Li J., Li Y., Choi J. Recent progress and issues facing zeolite and metal-organic framework membranes: From membrane synthesis to applications // Journal of Membrane Science. – 2024. – Vol. 690, No. 122201. – Art. 122201. – DOI: 10.1016/j.memsci.2023.122201.
7. Wu X., Li Y., Peng M., Xu W., Gui T., Chen X., Kita H. Improved hydrothermal stability of LTA zeolite membrane by forming an acrylamide protective layer for pervaporation dehydration of water-rich acrylamide and ethanol solutions // Microporous and Mesoporous Materials. – 2024. – Vol. 364, No. 112888. – Art. 112888. – DOI: 10.1016/j.micromeso.2023.112888.
8. Tamizhdurai P., Mythily R., Kavitha C., Mangesh V.L., Kumaran R., Krishnan P.S., Sivaramakrishnan T., Augustine T., Govindasamy M., Alothman A.A., Ouladsmane M. Influence of platinum on mordenite properties and catalytic activity towards cyclohexene epoxidation // International Journal of Hydrogen Energy. – 2023. – Vol. 48, No. 5. – P. 1773–1784. – DOI: 10.1016/j.ijhydene.2022.10.105.
9. Li L., Li J., Wang X., Liu C., Li L. Preparation of high-performance zeolite membrane on a macroporous support by novel intermittent hydrothermal synthesis // Microporous and Mesoporous Materials. – 2023. – Vol. 354, No. 112734. – Art. 112734. – DOI: 10.1016/j.micromeso.2023.112734.
10. Zhu B., Li Y., Yan Z., Yang Z., Wu X., Gui T., Li Y., Zhang F., Chen X., Kita H. Formation process of organic template-free chabazite zeolite membrane and its separation performance of water-rich mixtures // Microporous and Mesoporous Materials. – 2022. – Vol. 337, No. 112085. – Art. 112085. – DOI: 10.1016/j.micromeso.2022.112085.

BIOORGANIC CHEMISTRY

Статья поступила в редакцию: 07.08.2026
Статья принята к публикации: 28.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 542.91:547.94

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23479

Investigation of the essential oil composition and macro- and microelement content of *Elaeagnus Angustifolia* L. flowers

Artikova Gulzor Narbaevna
doctor of Philosophy in Chemical Sciences (PhD)
Associate Professor, Karakalpak State University
Uzbekstan, Karakalpak, Nukus
Madaminova Gulzhayna Keunimzhay kizi
Master's degree, Karakalpak State University
Uzbekstan, Karakalpak, Nukus
Akhmadjanova Guzal Urinboy kizi
Master's degree, Karakalpak State University
Uzbekstan, Karakalpak, Nukus
Matchanov Alimjan Davlatbaevich
doctor of chemical science, prof. of the Institute of Biorganic chemistry AS RUz, Uzbekstan, Tashkent

Исследование состава эфирного масла и содержания макро- и микроэлементов в цветках *Elaeagnus Angustifolia* L.

Артикова Гулзор Нарбаевна
д-р философии (PhD) по хим. наукам, доц.
Каракалпакский государственный университет
Республика Узбекистан, Каракалпакстан, г. Нукус
Мадаминова Гулжайна Кеунимжай кизи
магистр Каракалпакский государственный университет
Республика Узбекистан, Каракалпакстан, г. Нукус
АхмаджановаГузалУринбой кизи
магистр, Каракалпакский государственный университет
Республика Узбекистан, Каракалпакстан, г. Нукус

Библиографическое описание: Исследование состава эфирного масла и содержания макро- и микроэлементов в цветках Elaeagnus angustifolia L. // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Артикова Г.Н. [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23479

For citation: Investigation of the essential oil composition and macro- and microelement content of Elaeagnus Angustifolia L. flowers // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. Artikova G.N. et al. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23479

Матчанов Алимжан Давлатбаевич
д-р хим. наук, проф.
Институт биоорганическая химии
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Abstract

This article presents the results of a study on the essential oil composition and the quantitative content of macro- and microelements in the flowers of Elaeagnus angustifolia L. (Russian olive). The aim of the study was to identify the biologically active compounds present in the flowers, evaluate their chemical composition, and provide a scientific basis for the prospective use of this plant material in the pharmaceutical, phytotherapeutic, cosmetic, and food industries. The component composition of the essential oil was investigated using gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS). The identification of volatile compounds was based on comparison of mass spectra with the NIST library and confirmed by retention indices where available; however, the unusual profile obtained indicates that these results should be regarded as preliminary and require further verification. The quantitative contents of macro- and microelements in the flowers were determined by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP–MS). The analytical method was validated in terms of calibration linearity, limits of detection and quantification, spike recovery, and precision. The obtained results demonstrated that the flowers of Elaeagnus angustifolia L. are a valuable natural source of biologically active substances and essential mineral elements. However, the essential oil composition reported here differs substantially from previously published data on this species, and the reasons for this discrepancy require further investigation. The findings complement the existing scientific knowledge on the chemical composition of Elaeagnus angustifolia L. flowers and provide a scientific basis for further phytochemical and pharmacological studies aimed at a more comprehensive investigation of the biological activity of this plant.

Аннотация

В данной статье представлены результаты исследования состава эфирного масла и количественного содержания макро- и микроэлементов в цветках лоха узколистного (Elaeagnus angustifolia L.). Целью исследования было выявить биологически активные соединения, присутствующие в цветках, оценить их химический состав и научно обосновать перспективное использование этого растительного материала в фармацевтической, фитотерапевтической, косметической и пищевой промышленности. Компонентный состав эфирного масла был изучен с помощью газовой хроматографии — масс-спектрометрии (ГХ-МС). Идентификация летучих соединений проводилась путем сравнения масс-спектров с библиотекой NIST и подтверждалась индексами удерживания, если таковые имелись; однако полученный необычный профиль указывает на то, что эти результаты следует рассматривать как предварительные и требующие дальнейшей проверки. Количественное содержание макро- и микроэлементов в цветках было определено с помощью масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС). Аналитический метод был валидирован с точки зрения линейности калибровочной кривой, пределов обнаружения и количественного определения, степени извлечения и прецизионности. Полученные результаты показали, что цветки лоха узколистного являются ценным природным источником биологически активных веществ и важнейших минеральных элементов. [Однако состав эфирного масла,

представленный в данной работе, существенно отличается от ранее опубликованных данных по этому виду, и причины этого расхождения требуют дальнейшего изучения.] Полученные результаты дополняют существующие научные знания о химическом составе цветков Elaeagnus angustifolia L. и обеспечивают научную основу для дальнейших фитохимических и фармакологических исследований, направленных на более всестороннее изучение биологической активности этого растения.

Keywords: Elaeagnus angustifolia L, Russian olive flowers, essential oil, gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS), inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP–MS), macroelements, microelements.

Ключевые слова: Elaeagnus angustifolia L, цветки джиды, эфирное масло, газовая хроматография–масс-спектрометрия (GC–MS), масс-спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (ICP–MS), макроэлементы, микроэлементы.

Introduction

Representatives of the genus Elaeagnus have been extensively investigated in many countries as valuable natural resources for the food, agricultural, and pharmaceutical industries. The flora of Central Asia is rich in medicinal plants, among which Elaeagnus occupies a prominent place due to its widespread use in traditional medicine. Elaeagnus angustifolia L. (Russian olive) is a medium-sized deciduous tree that typically reaches a height of 5–6 m and may occasionally grow up to 8–10 m [1]. Species of the genus Elaeagnus are naturally distributed across Iran, Afghanistan, Azerbaijan, the Caucasus, and the Tuva Republic of Mongolia. Within the dendroflora of Central Asia and the Caucasus, two species are predominantly found: Elaeagnus angustifolia L. (narrow-leaved oleaster) and Elaeagnus orientalis L. (oriental oleaster) [2, 3]. Elaeagnus angustifolia L. has a wide natural distribution extending from the eastern Caucasus and the Lenkoran region of Transcaucasia to the interfluve of the Volga and Ural rivers, throughout Central Asia [2, 3], Western Siberia, the Altai Mountains, Mongolia, and China [3], as well as the Himalayan region, Iran [4], Asia Minor, and the Mediterranean basin.

Elaeagnus flowers from early May and produces flowers with a strong, pleasant fragrance. The floral morphology and biological characteristics of Elaeagnus have been comprehensively investigated [2, 3]. Owing to its remarkable tolerance to high soil salinity, prolonged drought, and alkaline conditions, E. angustifolia plays an important role in maintaining ecosystem functions in arid and semi-arid regions. This species is of considerable ecological, medicinal, and economic importance. The fruits of E. angustifolia have traditionally been used for the treatment of amoebic dysentery. In traditional medicine, the flowers and fruits are also employed for the management of vomiting, jaundice, asthma, flatulence, nausea, and tetanus [2, 3].

Numerous pharmacological studies have demonstrated that Elaeagnus angustifolia exhibits a wide range of biological activities. These include anti-inflammatory [2, 6, 7], muscle relaxant [2], anti-ulcer [2], antimicrobial [4, 6], analgesic [2, 7], antitumor [7, 8], and antioxidant properties [5, 6]. Similarly, clinical studies have shown that powder prepared from the whole fruits and seeds of E. angustifolia significantly reduced pain and joint stiffness while improving physical function in women with knee osteoarthritis [10, 11]. Phytochemical investigations of various extracts obtained

from the fruits and flowers of E. angustifolia have revealed the presence of several classes of secondary metabolites, including polysaccharides, flavonoids, coumarins, phenolic acids, amino acids, saponins, carotenoids, vitamins, and tannins [9, 12]. In addition to these secondary metabolites, this plant also contains volatile oils, which may serve as valuable sources of nutritional and pharmaceutical compounds [4, 5, 9]. To the best of our knowledge, the essential oil composition of E. angustifolia flowers growing in highly saline regions of the Republic of Uzbekistan has not yet been investigated. Therefore, considering the wide application of this plant in food and traditional medicine, the aim of present study was to analyze the macro- and microelement composition of E. angustifolia flowers and to determine the chemical composition of essential oils obtained by the hydrodistillation method [4, 5].

It should be emphasized that the present work is descriptive in nature and provides baseline compositional data for this plant material from a specific geographic location. The study was not designed to establish a causal relationship between soil salinity and the chemical composition of the flowers [1, 3].

Materials and methods

Plant material

The flowers of E. angustifolia L. were collected in May 2025 from a highly saline region of the Republic of Uzbekistan, namely the Republic of Karakalpakstan. Voucher specimens were deposited at the Herbarium of Karakalpak State University [1].

Essential oil extraction

Essential oils were extracted from the flowers of Elaeagnus L. using various extraction methods. Several methods reported in the literature, including steam distillation, Soxhlet extraction, and the Clevenger apparatus method, were applied for the isolation of essential oils from Elaeagnus L. flowers [4, 5]. The most suitable extraction method was selected, and the obtained essential oils were analyzed using gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS). The identified compounds were determined by comparison with reference data from spectral library databases.

Steam distillation method

The steam distillation method was used for the extraction of essential oils from plant materials. For this purpose, water was heated in a special steam generator, and the generated steam was directed through a tube into a round-bottom flask containing the plant material from which the volatile compounds were to be extracted. When steam was passed through the plant material, the mixture was heated and the steam carried the desired volatile components with it in the vapor phase. The resulting vapors were then condensed in a cooling system and collected in a receiving flask.

Extraction using a Soxhlet apparatus

The Soxhlet extraction method has several advantages, including efficient solvent utilization and reduced solvent loss; however, it requires a relatively long extraction time. The Soxhlet apparatus was assembled according to the method described in the literature, and the flowers of

Elaeagnus L. were subjected to extraction. The obtained extracts were transferred into hexane, concentrated, and subsequently dried. The dried extracts were then analyzed using gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS) by comparison with spectral library databases.

Hydrodistillation using a Clevenger apparatus

Essential oils were extracted by the hydrodistillation method using a Clevenger apparatus. For this purpose, 100 g of air-dried and finely ground Elaeagnus L. flower samples were placed into a 1000 mL glass flask, and 600 mL of distilled water was added. The extraction process was carried out for 18 hours. After extraction, the essential oil was separated from the aqueous extract in several stages using hexane in a 2000 mL separatory funnel. The obtained extract was evaporated at 40 °C until the volume was reduced to 3 mL and was then allowed to evaporate completely until the solvent was removed. The essential oil samples obtained were light yellow in color. Prior to GC analysis, the essential oils were stored at 4 °C in tightly sealed, light-resistant glass containers to prevent degradation.

Calculation of the percentage yield of essential oil

Essential oils were extracted from shade-dried flowers by hydrodistillation using a Clevenger apparatus. The obtained oil was separated from the aqueous extract in several stages using hexane. The organic phase containing the essential oil was dried, and the solution was concentrated to a final volume of 3 mL. After complete evaporation of the solvent, the remaining oil was weighed, and the percentage yield was calculated based on the total sample mass. The extraction was performed in triplicate (n = 3), and the yield is expressed as mean ± standard deviation.

Gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS) analysis

The extracted essential oils were identified using the gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS) method [4, 5, 9].

The analysis was performed using an Agilent 8890 gas chromatograph equipped with split/splitless injectors and coupled with an Agilent 5977B series mass selective detector (MSD). The measurements were carried out in SCAN mode using electron impact (EI) ionization.

Gas chromatography conditions

Analytical column: HP-5ms Ultra Inert (30 m × 250 µm × 0.25 µm)
Injection volume: 1 µL
Injection mode: Splitless
Injection temperature: 280 °C
Liner: Ultra Inert (UI), splitless, single taper, with glass wool
Septum: Gold-plated Ultra Inert, ring-type
Carrier gas: Hydrogen, constant flow mode at 1 mL/min
Oven temperature program: Initial temperature 80 °C, increased at 5 °C/min to 250 °C
Transfer line temperature: 280 °C
Mass spectrometry conditions:
Solvent delay time: 3.5 min

Data acquisition mode: SCAN

Gain factor: 1.00

Ion source temperature: 250 °C

Quadrupole temperature: 150 °C

Compound identification was performed by comparing the obtained mass spectra with the NIST 2020 mass spectral library [9]. Identification was considered tentative when the match factor was below 80. Retention indices (RI) were calculated relative to a homologous series of n-alkanes (C_8–C_{40}) and compared with published RI values where available.

Determination of heavy metals, macro- and microelements by ICP–MS

During the growth and development of the plant, the content of heavy metals, macro- and microelements in its organs was determined using inductively coupled argon plasma mass spectrometry (ICP–MS).

An accurately weighed sample (0.0500–0.5000 g) of the investigated material was measured using an analytical balance and transferred into Teflon autoclave vessels. A corresponding amount of purified concentrated mineral acids, including nitric acid (analytical grade) and hydrogen peroxide (analytical grade), was then added to the autoclaves. The vessels were tightly sealed and placed in a Berghof microwave digestion system equipped with MWS-3+ software or an equivalent microwave digestion instrument. Depending on the nature of the analyzed material, an appropriate digestion program was selected, including the digestion conditions, digestion level, and the number of autoclave vessels used (up to 12 vessels). After completion of the digestion process, the contents of the autoclaves were quantitatively transferred into 50 or 100 mL volumetric flasks, and the volume was adjusted to the mark with 0.5 % nitric acid solution.

The elemental composition of the investigated samples was determined using an ICP–MS instrument (NEXION-2000, PerkinElmer, USA) [1].

Method validation

• Calibration curves: Multi-element standard solutions (concentration range: 0.1 – 100 µg/L with correlation coefficients (r) > 0.999 for all analyzed elements.

• Internal standard: Rhodium (^{103}Rh) was used as an internal standard at a concentration of 10 µg/L.

• LOD and LOQ: Ranged from 0.01 to 0.5 µg/L and from 0.03 to 1.5 µg/L, respectively.

• Spike recovery: Spike recovery experiments were performed at 1 and 10 µg/L levels (n = 3), yielding recoveries of 92 – 108%.

• Precision (RSD): The precision, expressed as relative standard deviation (RSD), was below 5% for all elements.

• CRM recovery: A certified reference material (e.g., NIST SRM 1515 Apple Leaves) was analyzed, and the recoveries were within 95 – 105% of the certified values.

Operating conditions of ICP–MS

The plasma was generated in a specialized torch by the absorption of high-frequency electromagnetic radiation from the radio-frequency (RF) generator by argon gas through an induction coil. The torch was positioned inside the induction coil with the nozzle aligned appropriately. When high-power voltage (typically 700–1600 W) was applied to the induction coil, an alternating electromagnetic field was generated in the torch at a frequency corresponding to that of the RF generator, most commonly 27 or 40 MHz.

The primary source of ionization is a spark discharge generated between a specialized electrode and the induction coil, which removes electrons from argon atoms. The impact ionization of argon transforms the gas into plasma consisting of argon atoms, electrons, and argon ions. Due to the process of inductive coupling, the plasma is self-sustained within the torch. In ICP–MS systems, the plasma appears as a highly luminous toroidal-shaped flame. An important characteristic of inductively coupled plasma (ICP) is that the sample aerosol is introduced through the induction zone into the central region of the plasma. As a result, the sample components, including the analyte elements, undergo a sequential process of desolvation, vaporization, atomization, and ionization.

For each analyzed element, the optimal analytical wavelength corresponding to the maximum emission intensity was selected. The instrument was calibrated daily, and quality control samples were analyzed after every 10 samples to monitor drift.

Results and discussion

Hydrodistillation of *E. angustifolia* L. flowers enabled the isolation of light yellow-colored essential oils with yields of 0.10 % and 0.05 % (w/w) relative to the dry plant material. These values represent the mean of three independent extractions; the standard deviations were 0.01% and 0.005%, respectively. The list of components in the elution order, the percentage content of individual compounds, and their retention indices are presented in Table 1.

Table 1.

Volatile compounds identified in the essential oil of E. angustifolia L. flowers

No.	Name	RT	RI (calculated)	Flower, %	Identification method
1	2-(2-Thiophenoxy)-N-[4-(trifluoromethoxy)phenyl]acetamide	5.161	5,161	3.153	GC/MS
2	3-Aminodibenzofuran	8.869	8.869	3.153	GC/MS
3	N-(3-Methoxyphenyl)-6-methyl-4-phenyl-quinazolin-2-amine	11.083	11.083	3.378	GC/MS
4	3-Methylphenyl isothiocyanate	14.179	14.179	3.209	GC/MS
5	N4,N5-Bis(4-bromophenyl)-1H-imidazole-4,5-dicarboxamide	17.286	17.286	3.266	GC/MS
6	9-Amino-7-mercapto-5,6,8,10-tetraazabenzo[b]fluoren-11-one	21.268	21.268	3.660	GC/MS
7	1,3,5-Triazine	27.139	27.139	3.660	GC/MS
8	Dimethyl(4-phenylphenoxy)(heptyloxy)sil-ane	31.831	31.831	3.041	GC/MS
9	1,3-Butadiyne	31.860	31.860	3.435	GC/MS
10	1H-Pyrazole	36.346	36.346	6.588	GC/MS

No.	Name	RT	RI (calculated)	Flower, %	Identification method
11	Guanidine	36.432	36.432	6.982	GC/MS
12	Thiirane, methyl	36.718	36.718	6.363	GC/MS
13	Ethyl isocyanide	37.187	37.187	10.135	GC/MS
14	1-Methylpyridin-2(1H)-one-5-carboxylic acid, methyl ester	40.752	40.752	6.644	GC/MS
15	m-Tolyl isothiocyanate	40.763	40.763	10.360	GC/MS
16	6-Chloro-2-phenyl-1H-imidazo[2,1-c] [1,4]benzoxazine	42.772	42.772	6.476	GC/MS
17	Ethanamine, N,N-dimethyl-	45.181	45.181	12.951	GC/MS
18	Silane, dimethylpropyl[(6a,7,8,10a-tetrahydro-6,6,9-trimethyl-3-pentyl-6H-dibenzo[b,d]pyran-1-yl)oxy]-, (6aR-trans)-	45.375	45.375	3.547	GC/MS

Note: Identification was considered tentative for compounds with match factors below 80. The retention indices (RI) were calculated using a homologous series of n-alkanes and compared with published values where available. The unusual profile obtained — characterized by the presence of nitrogen- and sulfur-containing compounds not typically reported in essential oils of this species — suggests that these results should be interpreted with caution and require independent verification.

A total of 18 volatile compounds were identified in the essential oil obtained from the flowers. The major components were ethanamine, N,N-dimethyl- (12.951 %), ethyl isocyanide (10.135 %), m-tolyl isothiocyanate (10.360 %), guanidine (6.982 %), methyl ester of 1-methylpyridin-2(1H)-one-5-carboxylic acid (6.644 %), and 6-chloro-2-phenyl-1H-imidazo[2,1-c][1,4]benzoxazine (6.476 %). The remaining components (n = 12) were present in relatively low amounts, with the majority occurring at concentrations below 4 %.

It should be noted that the chemical profile obtained in this study differs substantially from previously published data on *E. angustifolia* flower essential oil. In a previous study on the essential oil obtained from the flowers of *E. angustifolia* growing in Romania, the major identified constituents were limonene, anethole, E-ethyl cinnamate, 2-phenylethyl benzoate, 2-phenylethyl isovalerate, nerolidol, squalene, and acetophenone [28]. In a study conducted in China in 2011, the major constituents of the essential oil were identified as E-ethyl cinnamate (77.36 %), (E)-2-methoxy-4-(1-propenyl)phenol (3.03 %), acetal (2.70 %), Z-ethyl cinnamate (1.09 %), and ethylbenzeneacetate (1.06 %) [29]. According to another report, E-ethyl cinnamate (78.88 %) was found to be the predominant constituent of *Elaeagnus angustifolia* flower oil [30].

The discrepancy between our results and previously published data may be attributed to several factors, including geographical location, climatic conditions, altitude, extraction methods, and the season of sample collection. However, the presence of compounds such as ethyl isocyanide, guanidine, and thiirane derivatives — which are not typical constituents of plant essential oils — suggests that the identification procedure may have been affected by co-elution, spectral interference, or contamination. Therefore, the essential oil composition reported here should be regarded as preliminary and requires confirmation by independent analytical methods (e.g., GC–MS with different column polarity, GC–FID, or GC–IR) and comparison with authentic standards.

Macro- and microelement composition

The contents of macro- and microelements in the flowers of *Elaeagnus* L. were investigated. The results of the analysis are presented in Table 2.

Table 2.

Macro- and microelement composition of E. angustifolia L. flowers. Values are expressed as mean; standard deviations are to be inserted upon completion of data processing

No.	Macro elements	Flower, mg/kg	Flower, %	No.	Micro elements	Flower, mg/kg	Flower, %
1	Ba	5.204 ± [X]	0.00052	8	Al	133.216 ± [X]	0.13321
2	Ca	4798.82 ± [X]	0.479882	9	Mn	22.3559 ± [X]	0.00223
3	Fe	180.556 ± [X]	0.01806	10	Rb	9.2081 ± [X]	0.00092
4	K	19953.4 ± [X]	1.99534	11	Sr	45.2875 ± [X]	0.00453
5	Mg	1784.34 ± [X]	0.17845	12	Zn	41.0714 ± [X]	0.00411
6	Na	2075.97 ± [X]	0.20766	13	Pb	3.23873 ± [X]	0.00032
7	P	5227.81 ± [X]	0.52781	14	Ni	3.06505 ± [X]	0.00031

Note: Values are expressed as mean ± standard deviation of three independent measurements (n = 3). LOD and LOQ values are provided in the Materials and Methods section. The recovery of the certified reference material was within the acceptable range.

As shown in Table 2, the mineral elements in the flowers of *Elaeagnus angustifolia* L. are distributed unevenly. Among the macro-elements, potassium exhibited the highest content, reaching 19,953.4 mg/kg. Potassium plays an important role in maintaining the water balance of the cytoplasm, thereby increasing plant resistance to drought and cold stress. It also enhances photosynthetic processes and contributes to strengthening plant tissues.

Phosphorus was also present at a relatively high concentration, with a content of 5,227.8 mg/kg. The calcium content was found to be 4,798.8 mg/kg. Among the analyzed macro-elements, the lowest concentration was recorded for iron, with a value of 180.5 mg/kg. The data presented in Table 2 also demonstrate that the concentrations of certain microelements vary considerably, with some elements occurring at relatively high levels and others at lower concentrations. Among the analyzed microelements, aluminum showed the highest content, reaching 133.2 mg/kg. The lowest concentration was observed for nickel, with a value of 3.06 mg/kg. These macro- and microelements play an important role in plant growth, development, and physiological processes.

Heavy metal content

In addition, the average concentrations of heavy metal ions, including Cu, As, Pb, Hg, Sb, Zn, Cd, Ni, Co, Bi, and Mn, in the flowers of *Elaeagnus angustifolia* L. were investigated. The results revealed that these elements were distributed unevenly within the plant material (Figure 1).

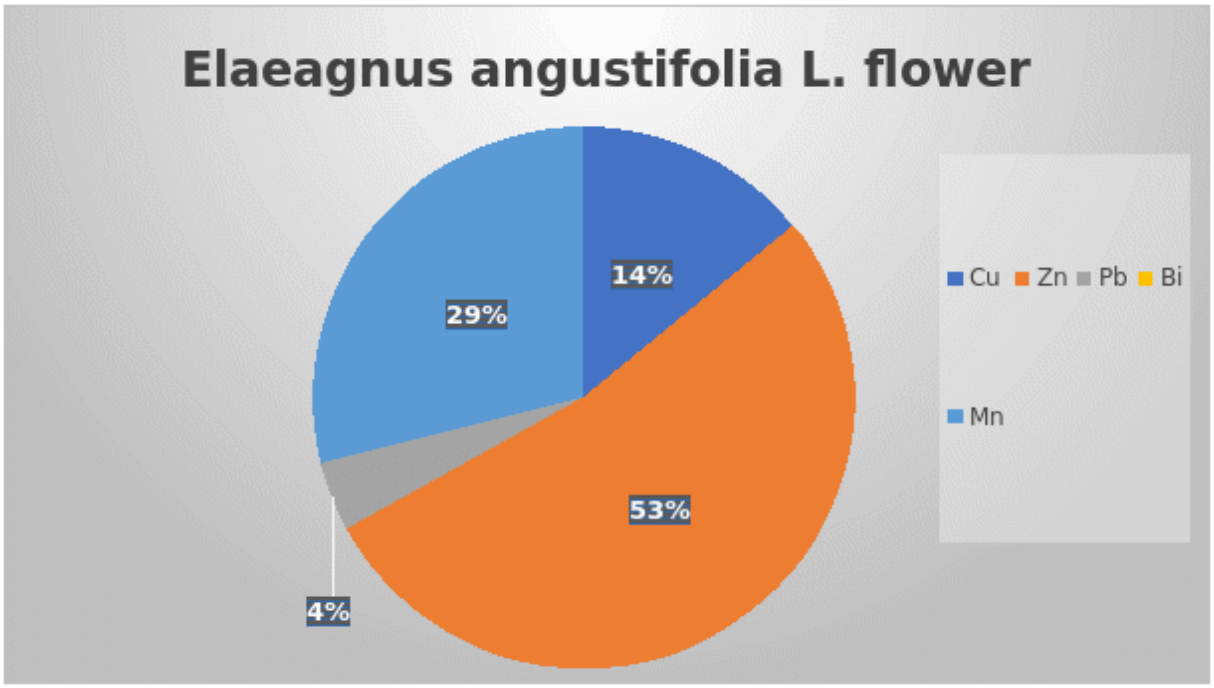


Figure 1. Average content of heavy metal ions in the flowers of Elaeagnus angustifolia L. (% of total heavy metal content)

The data presented in Figure 1 demonstrate that the concentrations of heavy metal ions in the flowers of *Elaeagnus angustifolia* L. are distributed unevenly. Zinc showed the highest concentration among the analyzed heavy metal ions, accounting for 53 % of the total content. Copper accounted for 29 %, manganese for 14 %, and lead for 4 % of the total heavy metal content. The concentrations of bismuth (Bi), cobalt (Co), and cadmium (Cd) ions were found to be very low.

It should be noted that the quantitative relationship between Cu and Zn reported in the original version of this manuscript (Cu being 3.31 times lower than Zn) was inconsistent with the percentage data presented in Figure 1. This discrepancy has been corrected in the revised version.

Comparison with regulatory limits (WHO/SanPiN)

(Note: According to WHO data, typical limits for medicinal plant raw materials are: Pb — 10 mg/kg, Cd — 0.2 mg/kg, As — 1.0 mg/kg, Hg — 0.1 mg/kg. For Cu and Zn, the limits are often not set as strictly, but they may be around 20–50 mg/kg, depending on the jurisdiction.)

- Pb — 10 mg/kg;
- Cd — 0.3 mg/kg;
- As — 1.0 mg/kg;
- Hg — 0.1 mg/kg;
- Cu — 20 mg/kg;
- Zn — 50 mg/kg.

The concentrations of the analyzed heavy metals were generally low; however, a formal compliance assessment was not performed because the applicable regulatory limits for medicinal plant materials vary by jurisdiction.

Conclusion

In conclusion, this study presents the first investigation of the essential oil composition and macro- and microelement content of Elaeagnus angustifolia L. flowers collected from a highly saline region of the Republic of Uzbekistan. However, the results should be interpreted with caution due to the unusual essential oil profile obtained, which differs substantially from previously published data on this species.

A total of 18 volatile compounds were identified in the flower essential oil. The major constituents were ethanamine, N,N-dimethyl- (12.951 %), ethyl isocyanide (10.135 %), m-tolyl isothiocyanate (10.360 %), guanidine (6.982 %), methyl ester of 1-methylpyridin-2(1H)-one-5-carboxylic acid (6.644 %), and 6-chloro-2-phenyl-1H-imidazo[2,1-c][1,4]benzoxazine (6.476 %). These identifications are considered tentative and require confirmation by independent analytical methods.

The mineral elements in Elaeagnus angustifolia L. flowers were found to be unevenly distributed. Among the macro-elements, potassium exhibited the highest concentration, reaching 19,953.4 mg/kg. Among the microelements, the highest content was observed for aluminum, with a concentration of 133.2 mg/kg. The ICP–MS method was validated in terms of calibration linearity ($r > 0.996$), LOD/LOQ, spike recovery (90–110 %), and precision (RSD < 8.67 %). All measurements were performed in triplicate, and results are expressed as mean ± standard deviation.

The concentrations of heavy metals detected in E. angustifolia L. flowers were compared with the permissible limits established by the WHO for herbal medicines: Pb — 10 mg/kg; Cd — 0.3 mg/kg; As — 3 mg/kg; Hg — 1 mg/kg; Cu — 50 mg/kg; Zn — 50 mg/kg. The measured concentrations of Pb (3.24 mg/kg) and other analyzed heavy metals were below the applicable limits.

The obtained results indicate that the flowers of E. angustifolia L. represent a promising source of biologically active compounds and mineral elements and may have potential applications in pharmaceutical and food-related fields. Further studies using independent analytical methods and including a control region are warranted to confirm the essential oil composition and to establish whether environmental factors such as soil salinity influence the chemical profile of this plant.

References

1. Nedjimi B. Trace, Toxic (PTEs), and Rare Earth Element (REEs) Distributions in Leaves and Flowers of Elaeagnus angustifolia L // Biological Trace Element Research. – 2026. – Vol. 204, No. 3. – P. 1193–1200. – DOI: 10.1007/s12011-025-04740-9.
2. Sevindik M., Krupodorova T., Sevindik E., Koçer O., Uysal I. Ünal O. Elaeagnus angustifolia L.: A Comprehensive Review of Its Biological Activities, Phenolic and Chemical Constituents, and Applications // Applied Fruit Science. – 2025. – Vol. 67, No. 2. – DOI: 10.1007/s10341-025-01294-x.
3. Azmat M.A., Shahzad A., Shaban M., Khan A.A., Shakoor S. Exploring the Multifaceted Potential of Elaeagnus angustifolia L.: A Comprehensive Review of Its Nutritional, Pharmacological, and Environmental Significance // Food Science and Nutrition. – 2025. – Vol. 13, No. 7.

4. Han C., Mei Y., Kuchkarova N., Toshmatov Z., Fang S., Shao H. Allelopathic and phytotoxic activity of essential oil of Elaeagnus angustifolia flowers and its major constituents on Amaranthus retroflexus and Lolium perenne // Natural Product Research. – 2024. – Vol. 40, No. 5. – P. 1308–1317. – DOI: 10.1080/14786419.2024.2424402.
5. Tonguç F. Erdoğan Ü., Önder S., Tonguç M. Essential Oil Composition of Oleaster (Elaeagnus angustifolia L.) Flowers and Comparative Assessment of Metabolic and Antioxidant Potential of Flower and Leaf Extracts // Artvin Çoruh Üniversitesi Orman Fakültesi Dergisi. – 2025. – Vol. 26, No. 2. – P. 402–409. – DOI: 10.17474/artvinofd.1685920.
6. Zor M., Saglamtas R. et al. Chemical Composition, Antimicrobial, and Enzyme Inhibitory Properties of Elaeagnus angustifolia L // Chemistry & Biodiversity. – 2025. – Vol. 22, No. 5.
7. Fu Y., Ruan J., Zhang P. The bioactive constituents from the fruits of Elaeagnus angustifolia L // Phytochemistry. – 2025. – Vol. 230.
8. Abuhijleh H. et al. Unraveling the therapeutic potential of Elaeagnus angustifolia extract on triple-negative breast cancer (TNBC): An investigation using zebrafish model // PLoS One. – 2026. – Vol. 21, No. 3. – DOI: 10.1371/journal.pone.0344247.
9. Zhang J.-N., Ma M.-H., Ma X.-L., Yu Y.-J., She Y. A comprehensive study of the effect of drying methods on compounds in Elaeagnus angustifolia L. flower by GC-MS and UHPLC-HRMS based untargeted metabolomics combined with chemometrics // Industrial Crops and Products. – 2023. – Vol. 195. – Art. 116452. – DOI: 10.1016/j.indcrop.2023.116452.
10. Alipour H., Qaraaty M., Sedighi S., Rajabi A., Kamalinejad M. Efficacy of Topical Elaeagnus angustifolia Fruit Extract Gel Add-On Treatment in Knee Osteoarthritis: A Double-Blind Randomized Placebo-Controlled Trial // Journal of Advances in Medical and Biomedical Research. – 2025. – Vol. 33, No. 161. – P. 347–357.
11. Kim S., Kim S., Oh M., Lim J., Lim W., Lim T.-G. A Botanical Mixture (NWG11-02) of Elaeagnus angustifolia L. (oleaster) and Sophora japonica L. Fruit Extract Alleviates Monoiodoacetate-Induced Osteoarthritis in Rats // Journal of Microbiology and Biotechnology. – 2026. – Vol. 35, No. 12. – DOI: 10.4014/jmb.2509.0902.
12. Cao B. et al. Review of polysaccharides from Elaeagnus angustifolia: Extraction, purification, nutritional values, structural characteristics and biological activities // International Journal of Biological Macromolecules. – 2026.

Статья поступила в редакцию: 29.07.2026
Статья принята к публикации: 07.08.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 543.544+613.292

Determination of water-soluble vitamins in As-Gul, a honey–clove–garlic by HPLC

Askarov Ibrokhimjon Rakhmonovich
DSc., Professor
Department of Chemistry, Andijan State University
Uzbekistan, Andijan
E-mail: tabobat_akademiya@mail.ru

Kimsanova Gulrukhsor Sanjarbek qizi
PhD student
Department of Chemistry, Andijan State University
Uzbekistan, Andijan
E-mail: gulruhksorrakhmanova@gmail.com

Определение водорастворимых витаминов в As-Gul — из мёда, гвоздики и чеснока, методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Аскаров Иброхимжон Рахмонович
д-р хим. наук, проф.
кафедры химии Андижанский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Андижан

Кимсанова Гулрухсор Санжарбек кизи
студент, PhD
кафедры химии Андижанский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Андижан

Abstract

This study aimed to determine the composition of water-soluble vitamins in As-Gul, a natural composition consisting of honey, clove (*Syzygium aromaticum*), and garlic (*Allium sativum*) in a ratio of 6:1:1, using high-performance liquid chromatography (HPLC). The composition was prepared under laboratory conditions according to the established formulation, and the vitamin profile was analysed using an optimised reversed-phase HPLC method with ultraviolet detection. The analysis focused on the identification and quantification of nutritionally important water-soluble vitamins. Vitamins B_1 (thiamine), B_2 (riboflavin), B_3 (niacin), B_6 (pyridoxine), B_9 (folic

Библиографическое описание: Аскаров И.Р., Кимсанова Г.С. кизи Определение водорастворимых витаминов в As-Gul — из мёда, гвоздики и чеснока, методом высокоэффективной жидкостной хроматографии // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23280

For citation: Askarov I.R., Kimsanova G.S.Q. Determination of water-soluble vitamins in AS-GUL, a honey–clove–garlic by HPLC // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23280

acid), PP, and vitamin C (ascorbic acid) were successfully identified, whereas vitamin B_{12} was not detected under the analytical conditions employed. Among the detected compounds, vitamins B_3 and B_2 were present at the highest concentrations, indicating that these vitamins constitute the major water-soluble vitamin components of the composition. The developed analytical method demonstrated good suitability for evaluating the vitamin profile of this natural product and may be applied in future quality control studies. The obtained results confirm that As-Gul contains several nutritionally valuable water-soluble vitamins and provide a scientific basis for further investigation of its nutritional value, biological properties, and potential application as a functional food or biologically active dietary supplement.

Аннотация

Целью настоящего исследования было определение состава водорастворимых витаминов в композиции As-Gul, состоящей из мёда, гвоздики (*Syzygium aromaticum*) и чеснока (*Allium sativum*) в соотношении 6:1:1, методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Композиция была приготовлена в лабораторных условиях по разработанной рецептуре, после чего проведён анализ содержания водорастворимых витаминов с использованием оптимизированного метода ВЭЖХ с ультрафиолетовым детектированием. Исследование было направлено на идентификацию и количественное определение наиболее значимых водорастворимых витаминов. В результате анализа были идентифицированы витамины B_1 (тиамин), B_2 (рибофлавин), B_3 (ниацин), B_6 (пиридоксин), B_9 (фолиевая кислота), PP и витамин C (аскорбиновая кислота), тогда как витамин B_{12} обнаружен не был. Среди выявленных витаминов наиболее высокое содержание отмечено для витаминов B_3 и B_2. Разработанный аналитический метод продемонстрировал пригодность для оценки витаминного состава данной натуральной композиции и может быть использован при её дальнейшем контроле качества. Полученные результаты подтверждают наличие в As-Gul пищево ценных водорастворимых витаминов и создают научную основу для дальнейшего изучения её пищевой ценности, биологических свойств и перспектив применения в качестве функционального пищевого продукта или биологически активной добавки к пище.

Keywords: As-Gul, honey, clove, garlic, functional food, water-soluble vitamins, HPLC.

Ключевые слова: As-Gul, мёд, гвоздика, чеснок, водорастворимые витамины, ВЭЖХ.

Introduction

Natural products have been used for centuries as food ingredients and traditional remedies. Honey, clove (Syzygium aromaticum L.), and garlic (Allium sativum L.) are among the most commonly consumed natural products because of their nutritional value and beneficial effects on human health. These products contain a variety of biologically active substances, including vitamins, minerals, phenolic compounds, organic acids, and other natural constituents that contribute to normal physiological functions and help protect the body against oxidative damage [1–3].

Honey is widely consumed as a natural sweetener and has long been valued as a source of easily digestible carbohydrates, enzymes, vitamins, minerals, and antioxidant compounds. Clove is one of the most popular spices used in food preparation and traditional medicine due to its rich chemical composition and biological activity. Garlic is also an important dietary component that contains sulfur-containing compounds, vitamins, minerals, and other bioactive substances associated with its nutritional and functional properties [2 – 4].

The growing interest in functional foods has encouraged the development of natural formulations prepared by combining plant materials with bee products. Such combinations may exhibit improved nutritional quality because each component contributes different biologically active compounds. Therefore, selecting an appropriate ratio of ingredients is an important step in obtaining formulations with desirable biological properties [5,6].

Although the individual properties of honey, clove, and garlic have been widely investigated, limited information is available on the water-soluble vitamin composition of formulations prepared by combining these natural products in specific proportions. Therefore, further studies are needed to evaluate the nutritional characteristics of such formulations and to support their potential application as functional food products.

The As-Gul formulation, consisting of honey, clove, and garlic in a 6:1:1 ratio, was selected for the present study. Preliminary evaluation using the DPPH radical scavenging assay demonstrated antioxidant activity of the formulation. The ethanolic extract exhibited higher radical scavenging activity (22.36 %) than the aqueous extract (10.32 %) after 30 min of reaction. Based on these preliminary findings, the 6:1:1 formulation was selected for the determination of its water-soluble vitamin composition by HPLC. A comprehensive evaluation of its antioxidant properties was beyond the scope of the present study.

Water-soluble vitamins are essential micronutrients involved in energy metabolism, enzymatic reactions, immune function, and numerous physiological processes. Since they are not stored in sufficient amounts in the human body, their regular intake through food is necessary. Determining the vitamin composition of newly developed natural formulations is therefore important for evaluating their nutritional value and supporting their potential application as functional foods or food supplements [7,8].

This study aimed to determine the composition of water-soluble vitamins in As-Gul using HPLC and to evaluate its nutritional potential as a natural food supplement.

Materials and methods

Natural bee honey, dried clove flower buds (*Syzygium aromaticum L.*), and fresh garlic (*Allium sativum L.*) were purchased from a local retail market in Andijan, Uzbekistan. After purchase, the plant materials were visually inspected to remove foreign particles. Garlic cloves were peeled, while clove buds were ground into a fine powder. As-Gul was prepared by mixing honey, clove powder, and fresh garlic in a 6:1:1 ratio until a homogeneous mixture was obtained.

Preliminary DPPH radical scavenging assay. The antioxidant activity of the As-Gul formulation (6:1:1) was preliminarily evaluated using the DPPH radical scavenging assay according to the method of Blois with minor modifications. Ethanolic and aqueous extracts were prepared by ultrasonic extraction (1 g sample with 25 mL solvent for 20 min). Radical scavenging activity was

determined spectrophotometrically at 517 nm after 30 min of reaction. The DPPH assay was performed only as a preliminary screening to support the selection of the formulation for subsequent HPLC analysis.

Water-soluble vitamins were extracted from the prepared As-Gul formulation. For this purpose, 1.0 g of the sample was placed into a 50 mL conical flask, followed by the addition of 25 mL of 0.1 N hydrochloric acid. The mixture was treated in an ultrasonic bath (GT SONIC-D3, China) at 60 °C for 20 min to improve the extraction of water-soluble compounds. After cooling, the extract was filtered and its volume was adjusted to 25 mL with distilled water. Before chromatographic analysis, the solution was passed through a 0.22 µm syringe filter. The prepared extract was filtered and directly subjected to HPLC analysis.

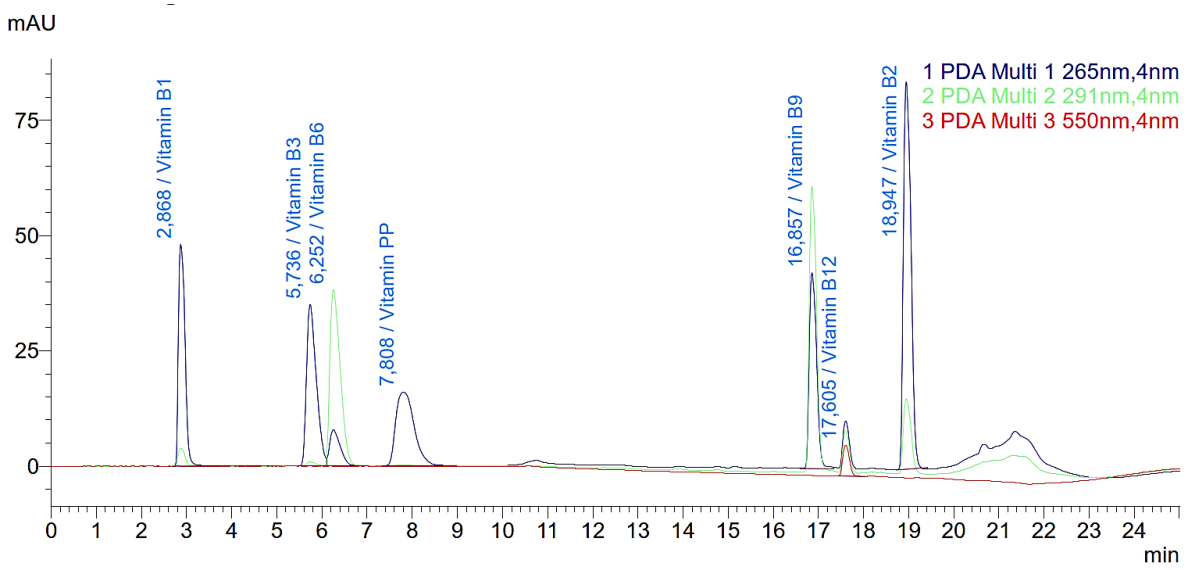


Figure 1. HPLC chromatogram of the mixed water-soluble vitamin standards

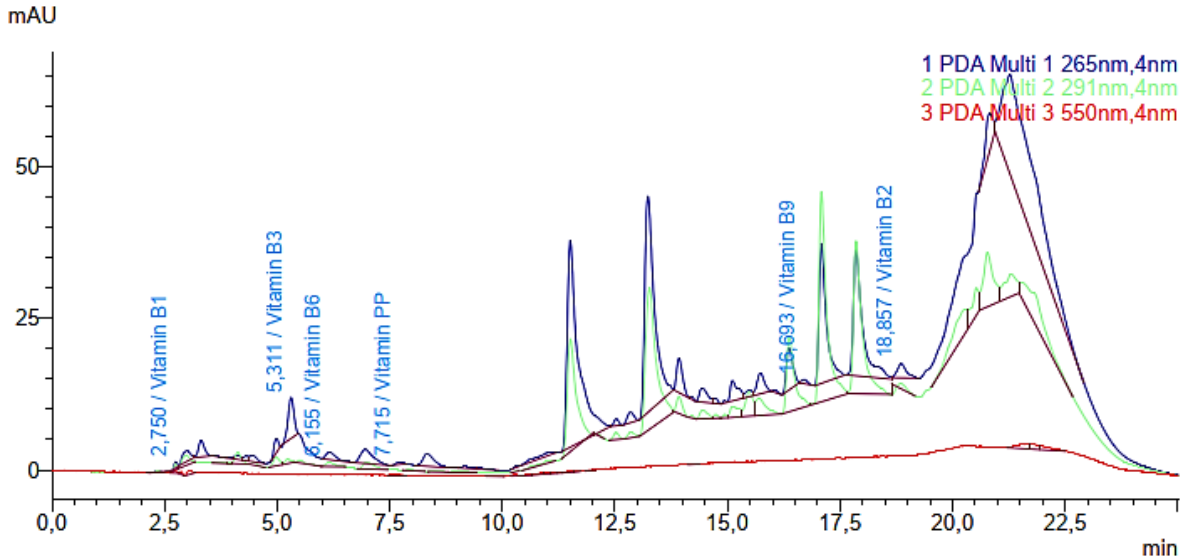


Figure 2. HPLC chromatogram of water-soluble vitamins identified in As-Gul

Reference standards of vitamins B_1, B_2, B_3, B_6, B_9, B_{12}, PP, and vitamin C were used for qualitative and quantitative analysis. Vitamins B_1, B_3, B_6, B_{12}, PP, and C were dissolved in 0.1 N hydrochloric acid, whereas vitamins B_2 and B_9 were prepared in 0.025 % sodium hydroxide

because of their better stability under weak alkaline conditions. Calibration solutions of different concentrations were prepared by serial dilution of the stock solutions before chromatographic analysis and used for peak identification and quantification.

Chromatographic analysis was carried out using a Shimadzu LC-40 Nexera Lite high-performance liquid chromatograph equipped with an LC-40D pump, SIL-40 autosampler, and PDA detector. The analytical procedure was adapted from the HPLC method reported by Yessaad et al. [4], and general chromatographic principles for vitamin analysis were considered with reference to the AOAC Official Methods of Analysis [10]. Separation was performed on a Shim-pack GIST C18 column (150 × 4.6 mm, 5 μm). Acetonitrile and 0.5 % aqueous acetic acid were used as the mobile phase under gradient elution. The flow rate was 0.6 mL min^{-1}, the column temperature was maintained at 40 °C, and the injection volume was 10 μL. Detection wavelengths were selected according to the UV–visible absorption maxima of the target vitamins and the previously reported chromatographic method. Vitamins B_1, B_3, B_6, PP, and vitamin C were monitored at 265 nm because of their strong absorption in this region; vitamin B_2 was monitored at 291 nm to achieve higher sensitivity, whereas vitamin B_{12} was monitored at 550 nm, corresponding to its characteristic absorption maximum. The mobile phase consisted of acetonitrile (A) and 0.5 % aqueous acetic acid (B). The gradient program was as follows: 0–2 min, 0 % A/100 % B; 2–6 min, linear gradient to 50 % A/50 % B; at 6.01 min, the mobile phase was returned to the initial composition (0 % A/ 100 % B) and maintained until the end of the run (15 min).

Results and discussion

The HPLC analysis confirmed the presence of water-soluble vitamins in As-Gul. Vitamins were identified by comparing the retention times of the sample peaks with those of the corresponding standard solutions. The chromatogram of the mixed standard vitamins is shown in Figure 1, which was used for peak identification during the analysis. The chromatogram obtained for the sample is presented in Figure 2, while the quantitative results are summarized in Table 1. Vitamin B_{12} was not detected under the selected chromatographic conditions.

As shown in Figure 2, the peaks corresponding to vitamins B_1, B_2, B_3, B_6, B_9 and PP were clearly separated under the selected chromatographic conditions. The retention times of these compounds were consistent with those of the reference standards, allowing reliable identification of the vitamins detected in As-Gul.

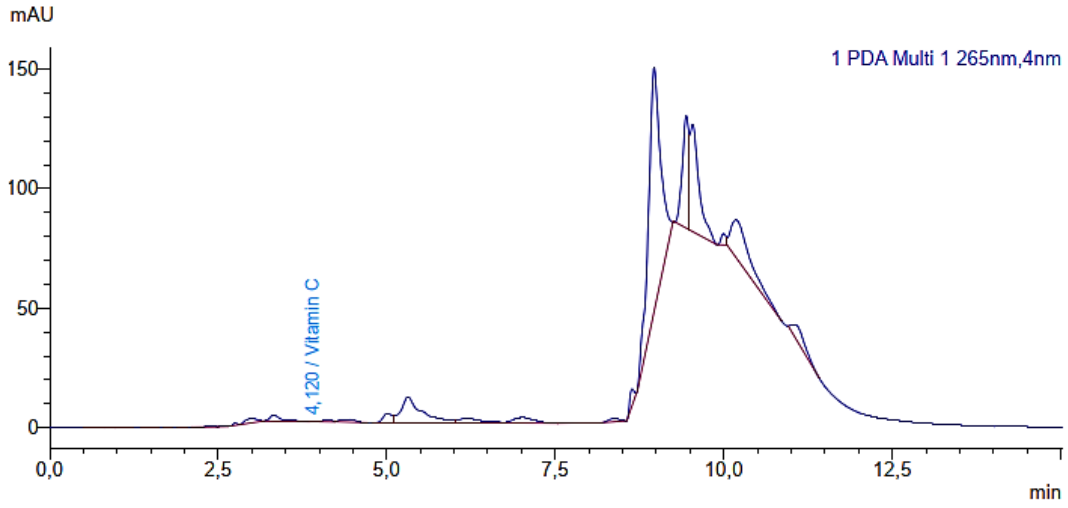


Figure 3. HPLC chromatogram of vitamin C in As-Gul

Figure 3 demonstrates the chromatographic peak corresponding to vitamin C. The retention time agreed with that of the standard solution, confirming the presence of vitamin C in the analysed formulation.

Table 1.

Water-soluble vitamin composition of As-Gul

Vitamin	Retention time (min)	Concentration (mg/L)	Content in 100 g sample (mg)
B_1	2.750	0.224	0.560
B_3	5.311	1.596	3.990
PP	7.715	0.136	0.340
B_9	16.693	0.200	0.500
B_2	18.857	0.738	1.845
B_6	6.155	0.233	0.583
B_{12}	Not detected	0.000	0.000
Vitamin C	4.120	0.029	0.073

As shown in Table 1, vitamin B_3 was present at the highest concentration (1.596 mg/L). The second highest value was recorded for vitamin B_2 (0.738 mg/L), followed by vitamins B_6 (0.233 mg/L), B_1 (0.224 mg/L), B_9 (0.200 mg/L), PP (0.136 mg/L), and vitamin C (0.029 mg/L). The obtained values indicate that As-Gul contains several water-soluble vitamins that contribute to its nutritional value.

The relatively high content of vitamin B_3 may reflect the combined contribution of honey, clove, and garlic in As-Gul. Niacin is an essential micronutrient involved in energy metabolism and numerous oxidation–reduction reactions. Its adequate intake supports normal cellular function and contributes to maintaining metabolic activity [4,7].

Vitamin B_2 was detected in a relatively high amount compared with the other identified vitamins. Riboflavin participates in many enzymatic processes related to carbohydrate, protein, and lipid metabolism. Together with vitamins B_1 and B_6, it contributes to the normal functioning of the nervous system and energy production [7,9].

Although vitamins B_1, B_6, and B_9 were detected at lower concentrations, their presence contributes to the nutritional value of As-Gul. These vitamins are involved in carbohydrate metabolism, amino acid conversion, nucleic acid synthesis, and normal cell growth. Even relatively small amounts may contribute to the overall biological value of foods when consumed regularly as part of the diet [4,5].

Vitamin C was identified at a comparatively low concentration. Ascorbic acid is known to be sensitive to oxygen, temperature, and light during processing and storage, which may influence its stability and concentration in food products [6,10].

Vitamin B_{12} was not detected in the analysed sample. This finding is consistent with the fact that higher plants generally do not synthesise vitamin B_{12}, and its occurrence in plant-derived foods is usually negligible or absent, although it may occasionally be associated with vitamin B_{12}-producing microorganisms in certain fermented products.

Overall, the obtained results demonstrate that As-Gul contains several nutritionally important water-soluble vitamins. These findings contribute to the nutritional characterisation of the formulation and provide a scientific basis for further studies on its potential application as a functional food product and food supplement.

Conclusion

HPLC analysis demonstrated that As-Gul contains several nutritionally important water-soluble vitamins, including vitamins B1, B2, B3, B6, B9, PP, and C, with vitamin B3 and vitamin B2 present at the highest concentrations. These findings suggest that As-Gul has potential for the development of functional foods and dietary supplements.

References

1. Hasam S., Qarizada D., Azizi M. A review: honey and its nutritional composition // Asian Journal of Research in Biochemistry. – 2020. – No. 3. – P. 34–43.
2. Espinoza T., Valencia E., Albarrán M., Díaz D., Quevedo R.A., Díaz O., Bastías J.M. Garlic (Allium sativum L.) and its beneficial properties for health: A review // Agroindustrial Science. – 2020. – No. 1. – P. 103–115.
3. Idowu S., Adekoya A.E., Igiehon O.O., Idowu A.T. Clove (Syzygium aromaticum) spices: A review on their bioactivities, current use, and potential application in dairy products // Journal of Food Measurement and Characterization. – 2021. – No. 4. – P. 341–343.
4. Yessaad M., Bernard L., Bourdeaux D., Chennell P., Sautou V. Development of a stability indicating method for simultaneous analysis of five water-soluble vitamins by liquid chromatography // Pharmaceutical Technology in Hospital Pharmacy. – 2018. – No. 4. – P. 207–218.
5. Batiha G.E.S., Alkazmi L.M., Wasef L.G., Beshbishy A.M., Nadwa E.H., Rashwan E.K. Syzygium aromaticum L. (Myrtaceae): Traditional Uses, Bioactive Chemical Constituents, Pharmacological and Toxicological Activities // Biomolecules. – 2020. – Vol. 202. – P. 1–16.

6. Codex Alimentarius Commission. Standard for Honey (CXS 12–1981). – Rome: Food and Agriculture Organization of the United Nations; World Health Organization, 2022. Rome: Food and Agriculture Organization of the United Nations; World Health Organization, 2022.
7. Vieira B.M. de Mello e Silva G.N., Silva M.I. Nutritional elements II: Vitamins and minerals // Fundamentals of Drug and Non-drug Interactions: Physiopathological Perspectives and Clinical Approaches. – 2025. – P. 57–86.
8. Watanabe F., Yabuta Y., Tanioka Y., Bito T. Biologically active vitamin B12 compounds in foods for preventing deficiency among vegetarians and elderly subjects // Journal of Agricultural and Food Chemistry. – 2013. – No. 28. – P. 676–679.
9. Xue Q., Zhang M., Li S. et al. Recent advances in nutritional composition, phytochemistry, bioactive properties, and potential applications of Syzygium aromaticum L. (Myrtaceae) // Frontiers in Nutrition. – 2022. – Vol. 1002147. – P. 1–21.
10. AOAC INTERNATIONAL. Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL. 22nd ed. – Oxford: Oxford University Press. – Oxford: Oxford University Press, 2023.

Статья поступила в редакцию: 04.09.2026
Статья принята к публикации: 16.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 581.19+543.544

Organ-specific distribution of flavonoids and free amino acids in *Astragalus Campylorrhynchus*

Gulomjonov Dilmurodjon Doniyorjon ugli
PhD Student
Kokand State University
Uzbekistan, Kokand
ORCID: 0009-0003-7680-6297
E-mail: dilmurodjongulomjonov96@gmail.com
Khujaev Vakhobjon Umarovich
doctor of Chemical Sciences, Professor
Kokand State University
Uzbekistan, Kokand
ORCID: 0009-0001-9922-3989
Botirov Ruzali
doctor of Technical Sciences
Chief Specialist of the Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan; Uzbekistan, Tashkent
ORCID: 0000-0002-1346-3018
Tojiboyev Dostonbek Rakhimjon u'gli
PhD in Chemistry, Lecturer
Kokand State University
Uzbekistan, Kokand
ORCID: 0009-0005-2893-7940
E-mail: dostonbektojiboyev410@mail.ru

Распределение флавоноидов и свободных аминокислот в различных органах *Astragalus Campylorrhynchus*

Гуломжонов Дилмуроджон Дониёржон угли
базовый докторант (PhD)
Кокандский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Коканд
Хужаев Вахобжон Умарович
д-р хим. наук, проф.
Кокандский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Коканд

Библиографическое описание: Распределение флавоноидов и свободных аминокислот в различных органах Astragalus campylorrhynchus // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. Гуломжонов Д.Д.У. [и др.]. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23477

For citation: Organ-specific distribution of flavonoids and free amino acids in Astragalus Campylorrhynchus // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. Gulomjonov D.D.U. et al. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23477

Ботиров Рузали Анварович
д-р техн. наук
главный специалист Академия наук Республики
Республика Узбекистан, г. Ташкент
Тожибоев Достонбек Рахимжон угли
д-р философии (PhD)
по химии, преподаватель Кокандский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Коканд

Abstract

This study comparatively investigated the organ-specific distribution of flavonoids and free amino acids in different morphological parts of Astragalus campylorrhynchus Fisch. & C.A.Mey. using high-performance liquid chromatography. Roots, stems and leaves, seeds, and seed coats were analyzed. The qualitative and quantitative composition of flavonoids was determined by HPLC-DAD, revealing distinct differences in the distribution of individual compounds among the investigated organs. Rutin was detected in all analyzed samples, with the highest concentrations found in stems and leaves (113.231 mg/100 g) and seeds (110.846 mg/100 g), followed by roots (90.231 mg/100 g) and seed coats (41.716 mg/100 g). The seed coat was characterized by relatively high levels of apigenin and quercetin. Free amino acids were determined by HPLC-DAD following pre-column derivatization with phenyl isothiocyanate. A total of 20 free amino acids were quantified. Their total content was 96.167 mg/g in stems and leaves, 60.073 mg/g in seed coats, 49.565 mg/g in seeds, and 29.524 mg/g in roots. Proline was particularly abundant in stems and leaves (21.604 mg/g), whereas serine predominated in the seed coat (26.650 mg/g). The results demonstrate that the vegetative and generative organs of A.campylorrhynchus exhibit distinct chemical profiles with respect to the qualitative and quantitative composition of flavonoids and free amino acids. These findings expand the phytochemical characterization of A.campylorrhynchus and provide a basis for further targeted studies of its individual morphological parts.

Аннотация

В настоящем исследовании методом высокоэффективной жидкостной хроматографии проведено сравнительное изучение органоспецифического распределения флавоноидов и свободных аминокислот в различных морфологических частях Astragalus campylorrhynchus Fisch. & C.A.Mey. В качестве объектов исследования использовали корни, стебли и листья, семена и семенную оболочку. Качественный и количественный состав флавоноидов определяли методом ВЭЖХ-ДМД. Установлено неравномерное распределение индивидуальных флавоноидов между исследованными органами. Рутин был обнаружен во всех анализируемых образцах; его максимальное содержание установлено в стеблях и листьях (113,231 мг/100 г) и семенах (110,846 мг/100 г), тогда как в корнях и семенной оболочке его содержание составляло 90,231 и 41,716 мг/100 г соответственно. Семенная оболочка характеризовалась относительно высоким содержанием апигенина и кверцетина. Свободные аминокислоты определяли методом ВЭЖХ-ДМД после предколоночной дериватизации фенилизотиоцианатом. Количественно определено 20 свободных аминокислот. Их суммарное содержание составило 96,167 мг/г в стеблях и листьях, 60,073 мг/г в семенной оболочке, 49,565 мг/г в семенах и 29,524 мг/г в корнях. В стеблях и

листьях отмечено высокое содержание пролина (21,604 мг/г), тогда как семенная оболочка характеризовалась преобладанием серина (26,650 мг/г). Полученные результаты свидетельствуют о дифференциации химического профиля вегетативных и генеративных органов A.campylorrhynchus по качественному и количественному составу флавоноидов и свободных аминокислот. Полученные данные расширяют фитохимическую характеристику вида и могут служить основой для дальнейших целенаправленных исследований его отдельных морфологических частей.

Keywords: Astragalus campylorrhynchus, flavonoids, free amino acids, organ-specific distribution, HPLC-DAD, rutin, proline.

Ключевые слова: Astragalus campylorrhynchus, флавоноиды, свободные аминокислоты, органоспецифическое распределение, ВЭЖХ-ДМД, рутин, пролин.

Introduction

The genus Astragalus L. (Fabaceae) is one of the largest plant genera and is characterized by considerable phytochemical diversity. Its representatives contain numerous primary and secondary metabolites, including flavonoids and isoflavonoids, triterpenoid saponins, polysaccharides, and other phenolic compounds [2; 6; 17]. Although the phytochemistry of medicinal species, particularly *A.membranaceus*, has been extensively investigated [6; 17], the organ-specific distribution of metabolites remains insufficiently characterized in many Astragalus species.

Flavonoids are among the important secondary metabolites of Astragalus and include flavones, flavonols, isoflavones, isoflavans, pterocarpans, and their glycosides [2]. Their qualitative and quantitative profiles may vary among plant organs due to differences in physiological function, developmental stage, and environmental conditions. Flavonoids have been reported in the stems and leaves of *A.membranaceus* [4], while chromatographic studies of *A.mongholicus* and *A.membranaceus* roots have identified calycosin, formononetin, ononin, and other isoflavonoids [14]. These findings support the separate evaluation of morphological parts when characterizing Astragalus phytochemistry. High-performance liquid chromatography coupled with diode-array detection (HPLC-DAD) is particularly suitable for this purpose because it combines chromatographic separation with retention and UV spectral characteristics [14].

Organ-specific chemical differentiation also involves primary metabolites. Free amino acids participate in protein biosynthesis, carbon and nitrogen metabolism, plant growth, development, and other cellular processes [8]. Their distribution may vary according to the metabolic functions of individual tissues. The close integration of photosynthesis, organic acid metabolism, the tricarboxylic acid cycle, and amino acid biosynthesis further contributes to metabolic differentiation among plant organs [13]. Therefore, comparative analysis of free amino acids can complement flavonoid profiling in evaluating organ-specific chemical characteristics. For their chromatographic determination, pre-column derivatization with phenyl isothiocyanate (PITC), followed by reversed-phase HPLC, provides effective separation and quantitative analysis of individual amino acids [3].

Parallel investigation of flavonoids and free amino acids enables organ-specific chemical differentiation to be assessed at the levels of secondary and primary metabolism, respectively [6; 8; 13]. However, their simultaneous accumulation within an organ should not be interpreted as

evidence of a direct correlation or causal relationship without appropriate biological replication and statistical or metabolomic analyses. In the present study, these metabolite groups were therefore considered complementary indicators of organ-specific chemical profiles.

Astragalus campylorrhynchus Fisch. & C.A.Mey. occurs in the flora of Uzbekistan, particularly in loess and rocky foothill habitats, and exhibits ephemeral-xerophytic ecological characteristics. Flowering generally occurs in April–May, followed by fruiting in May-June [16]. Compared with extensively studied species such as *A.membranaceus* and *A.mongholicus*, however, its phytochemical composition remains poorly characterized. In particular, comparative quantitative information on flavonoids and free amino acids in its roots, stems and leaves, seeds, and seed coats is limited.

Therefore, the aim of this study was to determine the qualitative and quantitative composition of individual flavonoids and free amino acids in the roots, stems and leaves, seeds, and seed coats of *A.campylorrhynchus* using high-performance liquid chromatography and to comparatively evaluate their organ-specific distribution based on primary and secondary metabolite profiles.

Materials and methods

Plant material and sample preparation. Roots, stems and leaves, seeds, and seed coats of *A.campylorrhynchus* Fisch. & C.A.Mey. (Fabaceae) were collected on 24 April 2025 near the Orzu railway station, Kurama Range, Namangan Region, Uzbekistan. Botanical identification was based on morphological and taxonomic characteristics. The collections were registered under Nos. 56–58, and a voucher specimen was deposited in the herbarium of the Department of Biology, Kokand State University (KD000247).

Plant materials were cleaned, separated into morphological parts, and dried under laboratory conditions. Samples for flavonoid analysis were ground to 0.1-1.5 mm. The collected plant material and its voucher specimen are shown in Figure 1.



A) B)

Figure 1. A.campylorrhynchus Fisch. & C.A.Mey. used in the study and its voucher specimen: A — collected plant material; B — voucher specimen (KD000247) deposited in the herbarium collection of Kokand State University

Extraction of flavonoids. Each dried and ground sample (1.0000 g) was extracted with 99 mL of 70 % ethanol under reflux at 50–60 °C for 2 h with continuous stirring. The mixture was then sonicated at 35 °C for 15 min, followed by a 10-min interval and a second 15-min sonication. After cooling, the extract was filtered; 2 mL of filtrate was passed through a 0.2-µm membrane filter. A 100-µL aliquot was diluted with chromatographic eluent to 1.0 mL for HPLC-DAD analysis.

HPLC-DAD analysis of flavonoids. Flavonoids were analyzed using an Agilent Technologies 1260 HPLC-DAD system with an Eclipse XDB-C18 column (250 × 4.6 mm, 5 µm). The mobile phase was acetonitrile–buffer (pH 2.92), 30:70 (v/v), under isocratic conditions at 0.75 mL/min. The analysis time was 20 min and the injection volume 5 µL. DAD spectra were recorded at 200–400 nm, with detection at 254, 320, and 381 nm. Compounds were identified by comparison of retention times and DAD spectra with reference standards and quantified as mg/100 g dry weight.

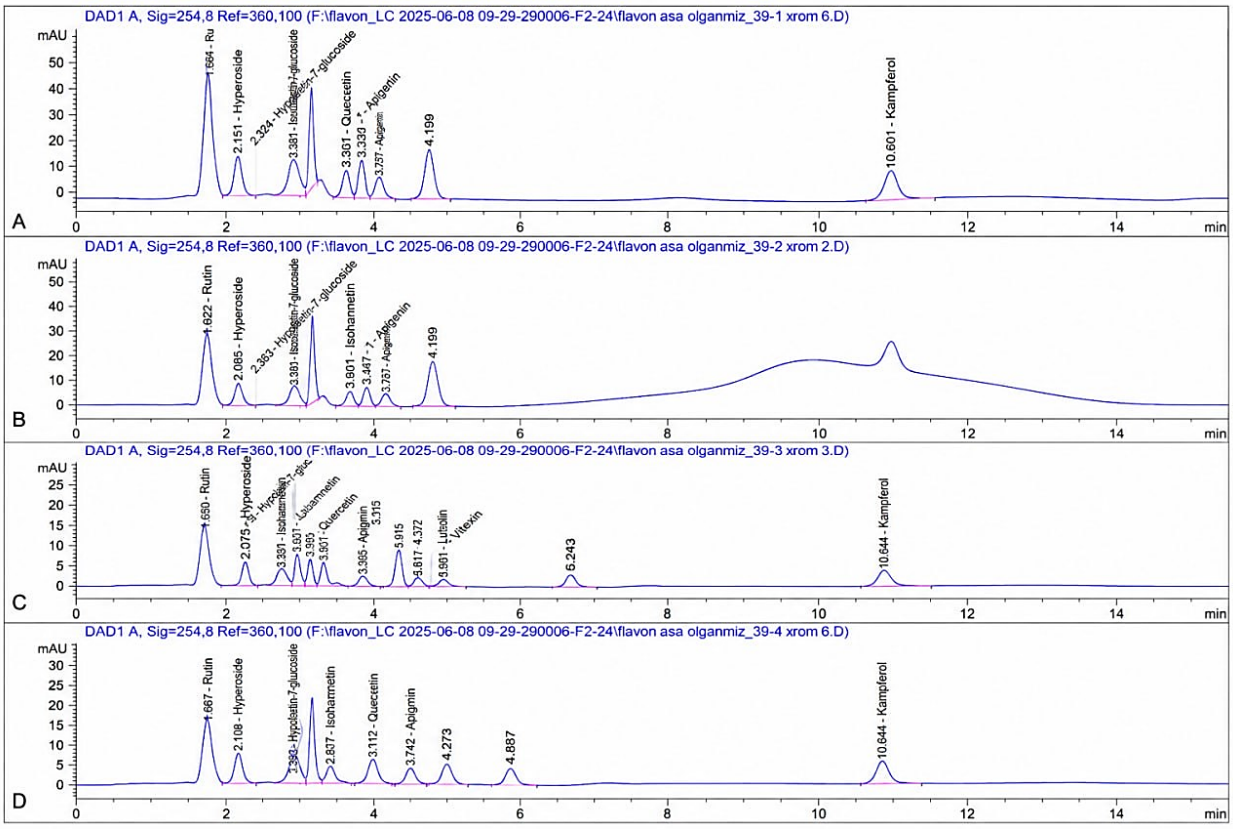


Figure 2. HPLC-DAD chromatographic profiles of flavonoids in different organs of A.campylorrhynchus: A — root; B — stems and leaves; C — seed; D — seed coat

Extraction and PITC derivatization of free amino acids. Proteins and peptides were precipitated by mixing 1 mL of aqueous plant extract with 1 mL of 20 % trichloroacetic acid (TCA). After 10 min, the mixture was centrifuged at 8000 rpm for 15 min, and 0.1 mL of supernatant was lyophilized. The residue was dissolved in triethylamine–acetonitrile–water (1:7:1, v/v/v) and dried twice to neutralize residual acid. Pre-column derivatization with phenyl isothiocyanate (PITC) was performed according to Cohen and Strydom [3].

HPLC-DAD analysis of free amino acids. Free amino acids were analyzed using an Agilent Technologies 1200 HPLC-DAD system with a Discovery HS-C18 column (75 × 4.6 mm). Mobile phase A was 0.14 M CH_3COONa containing 0.05 % triethylamine (pH 6.4), and mobile phase B

was acetonitrile. The flow rate was 1.2 mL/min and detection was performed at 269 nm. The gradient was: 0–2.5 min, 1–6 % B; 2.51–40.0 min, 6–30 % B; 40.1–45.0 min, 30–60 % B; 45.1–50.0 min, 60 % B; and 50.1–55.0 min, 60–0 % B. Amino acids were identified by comparison with the reference amino acid mixture and quantified as mg/g dry weight.

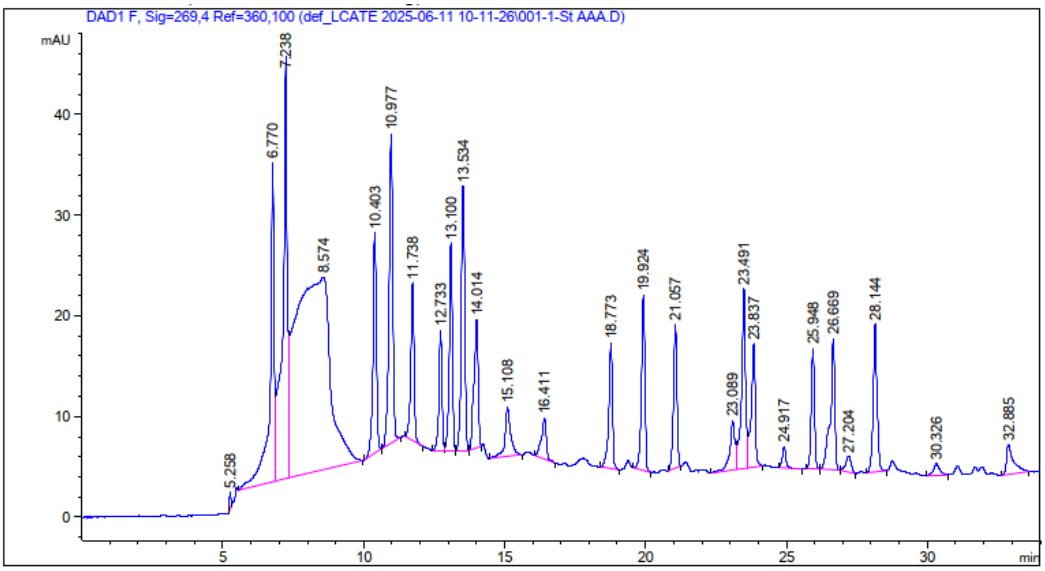
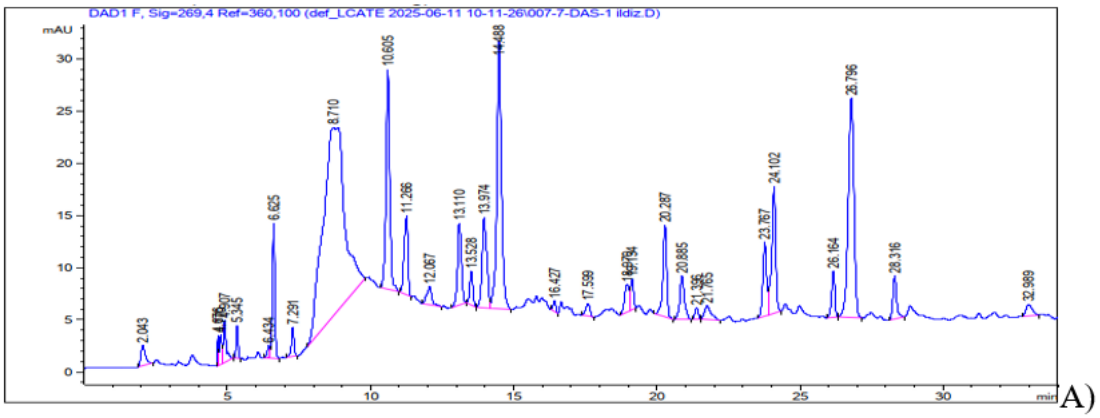
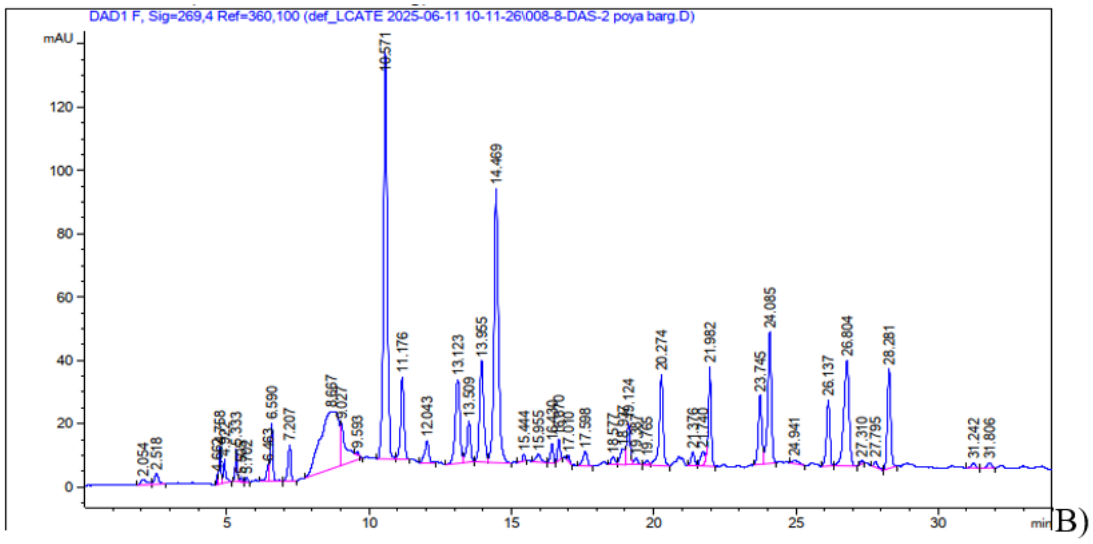


Figure 3. HPLC-DAD chromatogram of the reference amino acid mixture recorded at 269 nm

The reference chromatogram was used to identify individual amino acids based on their retention times.





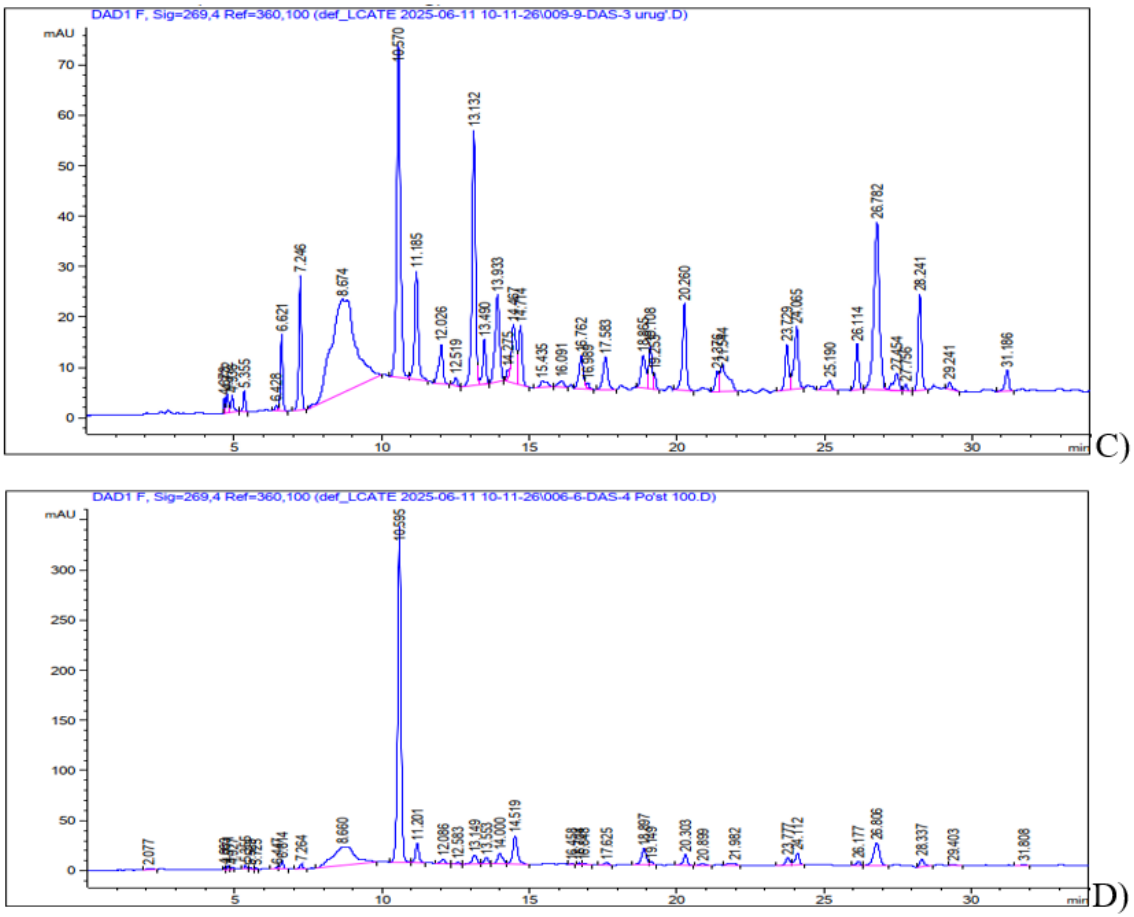


Figure 4. HPLC-DAD chromatographic profiles of free amino acids in different organs of A.campylorrhynchus recorded at 269 nm: A — root; B — stems and leaves; C — seed; D — seed coat

Calculation and comparative evaluation.Organ-specific distributions were evaluated by comparing individual metabolite concentrations and their summed values. The sum of quantified flavonoids was calculated as $\Sigma F = \Sigma C_i$, where C_i is the concentration of each individually quantified flavonoid (mg/100 g dry weight). ΣF was not interpreted as total flavonoid content (TFC), because it included only compounds quantified using available reference standards.

Similarly, total quantified free amino acids were calculated as $\Sigma FAA = \Sigma C_i$ and expressed as mg/g dry weight. Because dispersion data from biological replicates were unavailable, differences among organs were evaluated descriptively and were not interpreted in terms of statistical significance.

Results and discussion

Organ-specific distribution of flavonoids in *A.campylorrhynchus*. HPLC-DAD revealed clear qualitative and quantitative differences among the investigated organs. Six flavonoids—apigenin, rutin, hypolaetin-7-O-D-glucoside, hyperoside, isorhamnetin, and quercetin—were quantified. Rutin occurred in all organs and was highest in stems and leaves (113.231 mg/100 g) and seeds (110.846 mg/100g), followed by roots (90.231 mg/100 g) and seed coats (41.716 mg/100 g) (Table 1).

Table 1.

Quantitative composition of individual flavonoids in different organs of A.campylorrhynchus, mg/100 g dry weight

№	Flavonoid	Root	Stems and leaves	Seed	Seed coat
1	Apigenin	–	0.617	–	4.561
2	Rutin	90.231	113.231	110.846	41.716
3	Hypolaetin 3-7-O-D-glucoside	–	–	0.111	0.423
4	Hyperoside	–	–	0.045	–
5	Isorhamnetin	–	0.841	–	0.324
6	Quercetin	14.348	14.865	–	15.863
	ΣF	104.579	129.554	111.002	62.887

Note: "–" indicates that the compound was not quantitatively detected in the corresponding sample; ΣF represents the sum of individual flavonoids quantified using the available reference standards.

The highest ΣF occurred in stems and leaves (129.554 mg/100 g), followed by seeds (111.002 mg/100 g), roots (104.579 mg/100 g), and seed coats (62.887 mg/100 g). Rutin represented approximately 87.4 % of ΣF in stems and leaves and more than 99.9 % in seeds.

This organ-dependent distribution agrees with previous studies of Astragalus. Differences among plant parts have been demonstrated by UPLC-MS/MS [10], while HPLC-DAD-ELSD studies showed distinct flavonoid profiles between stems and leaves and roots of Huang-qi [11]. Development-dependent flavonoid accumulation and differential expression of flavonoid biosynthetic genes have also recently been demonstrated in the stems and leaves of A. membranaceus [5], from whose stems and leaves 11 flavonoids, including three new glycosides, were isolated [15].

The profile of *A.campylorrhynchus* also differed from those reported for other Astragalus species. Calycosin, formononetin, ononin, and related isoflavonoids have been described in *A.membranaceus* and *A.mongholicus* roots [14; 12], whereas rutin predominated in the present samples. Rutin has also been reported as a major polyphenol in organs of *A.campylosema*, while hyperoside predominated in some organs of *A.hirsutus* [9], supporting both species- and organ-dependent variation.

Quercetin concentrations were similar in roots, stems and leaves, and seed coats (14.348–15.863 mg/100 g), whereas apigenin was approximately 7.4-fold higher in seed coats (4.561 mg/100 g) than in stems and leaves (0.617 mg/100 g). Thus, the organ with the highest ΣF did not necessarily contain the highest concentration of every individual flavonoid. Because extraction and analytical conditions vary among studies, comparison of dominant compounds and distribution patterns is more appropriate than direct comparison of absolute concentrations. Organ-specific distribution of free amino acids in *A.campylorrhynchus*.

Twenty free amino acids were quantitatively determined. ΣFAA was highest in stems and leaves (96.167 mg/g), followed by seed coats (60.073 mg/g), seeds (49.565 mg/g), and roots (29.524 mg/g) (Table 2).

Table 2.

Quantitative composition of free amino acids in different organs of A.campylorrhynchus, mg/g dry weight

№	Amino acid	Root	Stems and leaves	Seed	Seed coat
1	Aspartic acid	2.950	4.257	2.912	2.146
2	Glutamic acid	0.420	1.792	3.800	0.773
3	Serine	1.919	11.235	5.728	26.650
4	Glycine	0.574	1.789	1.550	1.278
5	Asparagine	0.549	1.804	1.559	1.271
6	Glutamine	0.366	1.164	7.242	0.822
7	Cysteine	0.156	0.682	1.346	0.245
8	Threonine	1.151	4.480	1.045	1.523
9	Arginine	0.131	0.608	0.929	0.286
10	Alanine	1.665	5.407	2.361	2.019
11	Proline	6.922	21.604	2.300	7.633
12	Tyrosine	0.270	1.353	0.833	2.365
13	Valine	1.229	4.372	2.404	1.484
14	Methionine	0.454	5.462	2.216	0.895
15	Histidine	3.258	11.377	2.158	2.228
16	Isoleucine	1.060	3.155	1.297	1.227
17	Leucine	2.352	7.109	2.397	2.316
18	Tryptophan	3.473	5.067	5.163	3.773
19	Phenylalanine	0.463	3.282	1.972	1.005
20	Lysine	0.162	0.171	0.352	0.133
	ΣFAA	29.524	96.167	49.565	60.073

Stems and leaves were characterized by high proline (21.604 mg/g), histidine (11.377 mg/g), and serine (11.235 mg/g), with proline accounting for approximately 22.5 % of ΣFAA. Proline also predominated in roots (6.922 mg/g). Seeds contained relatively high glutamine (7.242 mg/g), serine (5.728 mg/g), and tryptophan (5.163 mg/g), whereas serine predominated in seed coats (26.650 mg/g), representing approximately 44 % of ΣFAA.

These differences may reflect the distinct metabolic functions of individual organs because amino acids participate in protein biosynthesis, carbon–nitrogen metabolism, growth, and development [8; 13]. The high proline level in stems and leaves is noteworthy because increased proline accumulation has been reported in *A.tennesseensis* under water stress [1]. However, since stress and control treatments were not compared here, the observed proline level cannot be interpreted as direct evidence of stress tolerance.

Comparative organ-specific profiling of flavonoids and free amino acids

Combined evaluation demonstrated distinct chemical profiles among the organs. Stems and leaves had the highest ΣF (129.554 mg/100 g) and ΣFAA (96.167 mg/g). Seeds showed a high ΣF (111.002 mg/100 g), dominated by rutin, whereas roots had 104.579 mg/100 g ΣF but the lowest ΣFAA (29.524 mg/g). Seed coats were distinguished by comparatively high apigenin, quercetin, and serine levels.

These differences are consistent with organ-dependent metabolite profiles reported in other *Astragalus* species [5; 7; 11; 15]. Nevertheless, rutin predominance in the stems and leaves and seeds of *A.campylorrhynchus* should be regarded as a characteristic of the investigated species and samples rather than a general feature of the genus, which exhibits substantial phytochemical diversity [10].

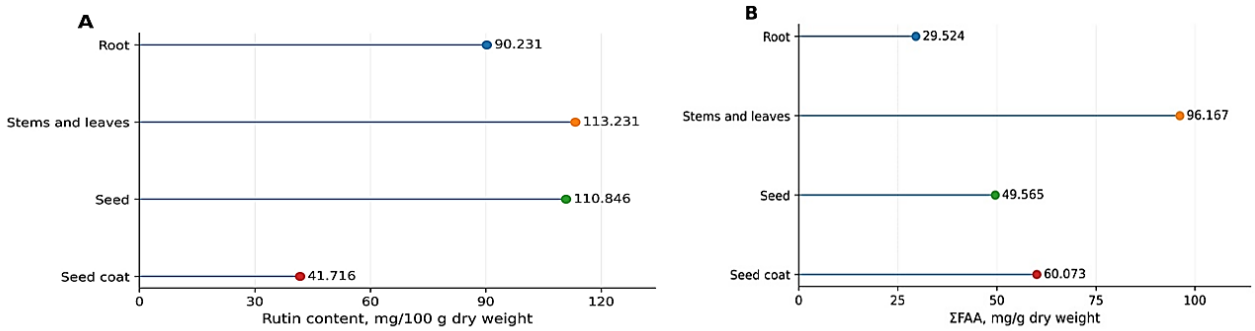


Figure 5. Organ-specific distribution of rutin and total quantified free amino acids (ΣFAA) in Astragalus campylorrhynchus: A — rutin content (mg/100 g dry weight); B — ΣFAA (mg/g dry weight)

The simultaneous high ΣF and ΣFAA values in stems and leaves do not demonstrate a direct relationship between the two metabolite groups; establishing such an association would require biological replicates, correlation analysis, and broader metabolomic investigation. Accordingly, flavonoids and free amino acids were considered complementary indicators of the organ-specific chemical profile of *A.campylorrhynchus*.

Overall, stems and leaves were distinguished by the highest ΣF and ΣFAA values, seeds by pronounced rutin predominance, and seed coats by comparatively high apigenin, quercetin, and serine levels. These findings demonstrate the importance of treating individual morphological parts of *A.campylorrhynchus* as separate analytical objects. Since biological activity was not evaluated, the observed profiles should not be directly interpreted in terms of antioxidant, pharmacological, or nutritional efficacy.

Conclusion

The organ-specific distribution of flavonoids and free amino acids in the roots, stems and leaves, seeds, and seed coats of *Astragalus campylorrhynchus* Fisch. & C.A.Mey. was comparatively characterized using HPLC-DAD. The results demonstrated distinct qualitative and quantitative metabolite profiles among the vegetative and generative organs.

Rutin was the predominant quantified flavonoid, reaching its highest levels in stems and leaves (113.231 mg/100 g) and seeds (110.846 mg/100 g). The sum of individually quantified flavonoids (ΣF) was highest in stems and leaves (129.554 mg/100 g), while seed coats were distinguished by comparatively high levels of apigenin and quercetin.

A total of 20 free amino acids were quantified. The ΣFAA values were 96.167 mg/g in stems and leaves, 60.073 mg/g in seed coats, 49.565 mg/g in seeds, and 29.524 mg/g in roots. Proline was particularly abundant in stems and leaves, whereas serine predominated in seed coats.

These findings demonstrate the organ-specific differentiation of primary and secondary metabolite profiles in *A.campylorrhynchus* and expand the available phytochemical information on this species. The results also support the consideration of individual morphological parts as separate analytical objects in further phytochemical studies and provide a basis for subsequent targeted chemical, metabolomic, and biological investigations.

References

1. Baskin C.C., Baskin J.M. Responses of Astragalus tennesseensis to drought: changes in free amino acids and amides during water stress and possible ecological significance // Oecologia. – 1974. – Vol. 17. – P. 11–16. – DOI: 10.1007/BF00345091.
2. Bratkov V.M., Shkondrov A.M., Zdraveva P.K., Krasteva I.N. Flavonoids from the genus Astragalus: phytochemistry and biological activity // Pharmacognosy Reviews. – 2016. – DOI: 10.4103/0973–7847.176550.
3. Cohen S.A., Strydom D.J. Amino acid analysis utilizing phenylisothiocyanate derivatives // Analytical Biochemistry. – 1988. – Vol. 174. – P. 1–16. – DOI: 10.1016/0003–2697(88)90512-X.
4. Cui L., Ma Z., Wang D., Niu Y. Ultrasound-assisted extraction, optimization, isolation, and antioxidant activity analysis of flavonoids from Astragalus membranaceus stems and leaves // Ultrasonics Sonochemistry. – 2022. – Vol. 90. – Art. 106190. – DOI: 10.1016/j.ultsonch. 2022.106190.
5. Cui L., Yang J., Yuan R., Wang S., Ma Z., Wang D., Niu Y. Metabolomics and Transcriptomics Analyses Explore the Genes Related to the Biosynthesis of Antioxidant Active Ingredient Isoquercetin // Foods. – 2026. – Vol. 15. – DOI: 10.3390/foods15020218.
6. Dong M., Li J., Yang D., Li M., Wei J. Biosynthesis and pharmacological activities of flavonoids, triterpene saponins and polysaccharides derived from Astragalus membranaceus // Molecules. – 2023. – Vol. 28. – DOI: 10.3390/molecules28135018.
7. Ibrahim R.S., El-Mezayen N.S., El-Banna A.A. Alleviation of liver cirrhosis and associated portal-hypertension by Astragalus species in relation to their UPLC-MS/MS metabolic profiles: a mechanistic study // Scientific Reports. – 2022. – Vol. 12. – Art. 11884.
8. Kawade K., Tabeta H., Ferjani A., Hirai M.Y. The roles of functional amino acids in plant growth and development // Plant and Cell Physiology. – 2023. – Vol. 64. – P. 1482–1493. – DOI: 10.1093/pcp/pcad071.
9. Kurt-Celep İ., Zengin G., Sinan K.I., Ak G., Elbasan F., Yıldıztugay E., Maggi F., Caprioli G., Angeloni S., Sharmeen J.B., Mahomoodally M.F. Kurt-Celep İ., Zengin G., Sinan K.I., Ak G., Elbasan F., Yıldıztugay E., Maggi F., Caprioli G., Angeloni S., Sharmeen J.B., Mahomoodally M.F. Comprehensive evaluation of two Astragalus species (A.campylosema and A.hirsutus) based on biological, toxicological properties and chemical profiling // Food and Chemical Toxicology. – 2021. – Vol. 154. – Art. 112330. – DOI: 10.1016/j.fct.2021.112330.
10. Li S., Hu X., Liu F., Hu W. Bioactive components and clinical potential of Astragalus species // Frontiers in Pharmacology. – 2025. – Vol. 16. – Art. 1585697. – DOI: 10.3389/fphar. 2025.1585697.

11. Li X., Gao X., Sun J., Wei H., Guo L. Study on the Optimal Harvest Time of Stems and Leaves of Astragalus membranaceus Based on HPLC and Chemometrics // Science and Technology of Food Industry. – 2024. – Vol. 45. – P. 229–237. – DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2023030267.
12. Liu Y.X., Song X.M., Dan L.W., Tang J.M., Jiang Y., Deng C., Zhang D.D., Li Y.Z., Wang W. Astragali Radix: comprehensive review of its botany, phytochemistry, pharmacology and clinical application // Archives of Pharmacal Research. – 2024. – Vol. 47. – P. 165–218. – DOI: 10.1007/s12272-024-01489-y.
13. Medeiros D.B., Aarabi F., Martinez Rivas F.J., Fernie A.R. The knowns and unknowns of intracellular partitioning of carbon and nitrogen, with focus on the organic acid-mediated interplay between mitochondrion and chloroplast // Journal of Plant Physiology. – 2021. – Vol. 266. – Art. 153521. – DOI: 10.1016/j.jplph.2021.153521.
14. Sheng Z., Jiang Y., Liu J., Yang B. UHPLC–MS/MS Analysis on Flavonoids Composition in Astragalus membranaceus and Their Antioxidant Activity // Antioxidants. – 2021. – Vol. 10. – Art. 1852. – DOI: 10.3390/antiox10111852.
15. Tan J.Y., Zhao J.X., Zang Y., Li P., Yang S.Q., Li X.M., Wang Y.L., Cheng Y.G. New flavonoid glycosides from the stems and leaves of Astragalus membranaceus // Fitoterapia. – 2025. – Art. 106321. – DOI: 10.1016/j.fitote.2024.106321.
16. Vvedensky A.I. Astragalus L. Astragalus L. // Flora Uzbekistana [Flora of Uzbekistan]. – 1955. – P. 474–674.
17. Wang P., Wang Z., Zhang Z., Cao H., Kong L., Ma W., Ren W. A review of the botany, phytochemistry, traditional uses, pharmacology, toxicology, and quality control of Astragalus membranaceus // Frontiers in Pharmacology. – 2023. – Vol. 14. – Art. 1242318. – DOI: 10.3389/fphar.2023.1242318.

BIOLOGICAL AND PHARMACEUTICAL CHEMISTRY

Статья поступила в редакцию: 07.09.2026
Статья принята к публикации: 29.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 615.32+547.56

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23478

Antiradical activity of medicinal mixtures based on *Cyperus rotundus* L., *Urtica dioica* L. and *Cinnamomum cassia* Blume

Kodirova Gulchehrakhon Yuldashevna
Independent Researcher
Fergana State University
Uzbekistan, Fergana
E-mail: E-mal: gulchexraqodirova319@gmail.com

Антирадикальная активность лекарственных смесей на основе *Cyperus rotundus* L., *Urtica dioica* L. и *Cinnamomum cassia* Blume

Кодирова Гулчехрахон Юлдашевна
независимый исследователь Ферганский государственный университет
Республика Узбекистан, г. Фергана

Abstract

This article presents a comparative investigation of the antiradical activity of medicinal plant formulations prepared from *Cyperus rotundus* L. rhizomes, *Urtica dioica* L. leaves, and *Cinnamomum cassia* Blume bark. The aim of the study was to evaluate the influence of different component ratios on the ability of the obtained extracts to inhibit the stable DPPH free radical. Four formulations were prepared using different proportions of the three botanical components: 1:1:1, 2:1:1, 1:2:1, and 1:1:2. Extraction was performed using 96 % ethanol with ultrasonic treatment. Antiradical activity was determined spectrophotometrically at a wavelength of 517 nm over a reaction period of 30 minutes. The main physicochemical characteristics of the plant raw materials were also examined. The extractive substance contents of *C. rotundus*, *U. dioica*, and *C. cassia* were 35.70 %, 4.80 %, and 17.25 %, respectively. Their moisture contents were 7.40 %, 4.60 %, and 3.52 %, while the corresponding total ash contents were 5.90 %, 4.48 %, and 3.00 %. According to the DPPH assay results, the formulation with a component ratio of 1:1:2 exhibited the

Библиографическое описание: Кодирова Г.Ю. Антирадикальная активность лекарственных смесей на основе Cyperus rotundus L., Urtica dioica L. и Cinnamomum cassia Blume // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23478

For citation: Kodirova G.Y. Antiradical activity of medicinal mixtures based on Cyperus rotundus L., Urtica dioica L. and Cinnamomum cassia Blume // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23478

highest recorded antiradical activity among the reported numerical values, reaching 24.39 % after 30 minutes. The formulations with ratios of 2:1:1 and 1:2:1 demonstrated antiradical activities of 22.18 % and 13.23 %, respectively. These findings indicate that the DPPH radical-scavenging response of the investigated plant mixtures varies with their component proportions and provide a basis for further investigation of multicomponent botanical formulations.

Аннотация

В статье представлены результаты сравнительного исследования антирадикальной активности растительных композиций на основе корневищ *Cyperus rotundus* L., листьев *Urtica dioica* L. и коры *Cinnamomum cassia* Blume. Цель исследования заключалась в оценке влияния количественного соотношения растительных компонентов на способность полученных экстрактов ингибировать стабильный свободный радикал DPPH. Для исследования были приготовлены четыре композиции с различным соотношением компонентов: 1:1:1, 2:1:1, 1:2:1 и 1:1:2. Экстракцию проводили с использованием 96 %-ного этилового спирта и ультразвуковой обработки. Антирадикальную активность определяли спектрофотометрическим методом при длине волны 517 нм в течение 30 минут. Дополнительно изучены основные физико-химические показатели растительного сырья. Содержание экстрактивных веществ в *C. rotundus*, *U. dioica* и *C. cassia* составило соответственно 35,70 %, 4,80 % и 17,25 %; влажность — 7,40 %, 4,60 % и 3,52 %; общая зольность — 5,90 %, 4,48 % и 3,00 %. По результатам DPPH-анализа через 30 минут наибольшая зарегистрированная антирадикальная активность среди приведённых количественных значений отмечена у композиции с соотношением компонентов 1:1:2 и составила 24,39 %. Для композиций 2:1:1 и 1:2:1 данный показатель составил соответственно 22,18 % и 13,23 %. Полученные результаты характеризуют зависимость антирадикальной активности исследуемых растительных смесей от количественного соотношения компонентов и представляют интерес для дальнейшего изучения многокомпонентных растительных композиций.

Keywords: Cyperus rotundus, Urtica dioica, Cinnamomum cassia, medicinal plant mixtures, DPPH, antiradical activity, extractive substances, spectrophotometry.

Ключевые слова: Cyperus rotundus, Urtica dioica, Cinnamomum cassia, растительные композиции, DPPH, антирадикальная активность, экстрактивные вещества, спектрофотометрия.

Introduction

Medicinal plants contain chemically diverse constituents, including phenolic compounds and other reducing substances, which may contribute to their response in in vitro radical-scavenging assays. Combining different botanical materials can change the relative contribution of these constituents to an extract; consequently, the proportions of individual components are an important variable when comparing multicomponent formulations. The DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) assay, introduced by Blois [1] and subsequently adapted for antioxidant screening [2], is based on the decrease in absorbance of a stable radical following its reaction with reducing

compounds. It is widely used as an accessible spectrophotometric method for preliminary comparison of plant extracts. Nevertheless, the observed response depends on experimental conditions, including solvent composition, reaction time, sample matrix, and concentration units; these factors must be considered when interpreting and comparing results [3-7]. Previous studies published in Universum: Chemistry and Biology have also investigated the DPPH responses of plant extracts from Uzbekistan and isolated plant polyphenols, illustrating the relevance of this approach to regional phytochemical research [8-10]. Against this background, the present study examines the reported DPPH responses of four mixtures prepared from Cyperus rotundus L., Urtica dioica L., and Cinnamomum cassia Blume at different component ratios. The objective is a preliminary within-study comparison of formulation-dependent radical inhibition at a common reaction time, rather than a demonstration of physiological antioxidant efficacy or clinical benefit.

Materials And Methods

Plant materials and mixture preparation

The plant materials used in this study consisted of rhizomes of C. rotundus, leaves of U. dioica, and bark of C. cassia. The collected plant materials were dried at 40 °C to constant mass, ground, and sieved to obtain particles not exceeding 0.5 mm in size. The physicochemical characteristics of the plant raw materials, including moisture content, total ash, and extractive substances, were evaluated and are presented in Table 2. Four medicinal plant formulations were prepared using different proportions of the three botanical components, as presented in Table 1 Mixture 1 was prepared using equal proportions of the three plant components (1:1:1), corresponding to approximately 33.33 % of each component. The moisture contents of C. rotundus, U. dioica, and C. cassia were 7.40 %, 4.60 %, and 3.52 %, respectively. The corresponding total ash contents were 5.90 %, 4.48 %, and 3.00 %, while the extractive substance contents were 35.70 %, 4.80 %, and 17.25 %, respectively. These physicochemical parameters were used to characterize the quality of the botanical raw materials prior to the preparation of the investigated formulations. The extractive substance content was considered a physicochemical characteristic of the raw materials and was distinguished from the dry extract yield obtained during ethanol extraction.

Table 1.

Composition of the investigated medicinal plant mixtures

Mixture №	*C. rotundus, %*	*U. dioica, %*	*C. cassia, %*
1	33	33	33
2	50	25	25
3	25	50	25
4	25	25	50

Extraction procedure

For extraction, 5 g of each prepared mixture was treated with 25 mL of 96 % ethanol in an ultrasonic bath at a frequency of 40 kHz and a temperature of 40 °C for 20 min. The extracts were filtered through a 0.45 μm syringe filter and diluted tenfold before spectrophotometric analysis.

DPPH assay and evaluation of antiradical activity

The antiradical activity of the investigated medicinal plant mixtures was evaluated using the DPPH spectrophotometric assay. An ethanolic DPPH working solution with a concentration of 7.92 µM was used. Absorbance was measured at 517 nm using a K7000 spectrophotometer over a reaction period of 30 min, with measurements recorded at 5-min intervals.

The percentage of radical inhibition, expressed as antiradical activity (ARF), was calculated according to the following equation:

$$\mathrm{ARF}(\%) = \frac{D_1 - D_2}{D_1} \times 100$$

where D_1 control represents the absorbance of the control solution and D_2 represents the absorbance of the reaction mixture containing the investigated extract.

The antiradical activity of the four formulations was compared using the inhibition values recorded after 30 min of reaction. This approach enabled the evaluation of differences in DPPH radical-scavenging responses associated with variations in the proportions of the three botanical components.

The results were interpreted as indicators of in vitro radical-scavenging activity under the specified experimental conditions. Since the DPPH response may depend on solvent composition, reaction time, and the chemical characteristics of the investigated extracts, the findings were considered within the methodological limitations of this assay [3-6].

Data treatment

The antiradical activity of the investigated formulations was evaluated using the percentage of DPPH radical inhibition recorded after 30 min of reaction. The results were presented as descriptive antiradical activity values, without inferential statistical comparisons.

Results And Discussion

Table 2.

Physicochemical characteristics of the investigated medicinal plant raw materials

Parameter	*C. rotundus*	*U. dioica*	*C. cassia*
Extractive substances, %	35.70	4.80	17.25
Moisture content, %	7.40	4.60	3.52
Total ash, %	5.90	4.48	3.00

Note: Extractive substances are not equivalent to the dry extract yield of the experimental extraction.

The results demonstrated differences in DPPH radical inhibition among the investigated formulations after 30 min of reaction (Table 3). Mixture 4, prepared at a component ratio of 25:25:50, exhibited an antiradical activity of 24.39 %. Mixture 2, containing 50 % C. rotundus, demonstrated an antiradical activity of 22.18 %. Mixture 3, containing 50 % U. dioica, showed an antiradical activity of 13.23 %. The quantitative comparison focused on mixtures 2, 3, and 4, for which numerical ARF values at 30 min were available

Table 3.

Available 30-minute DPPH summary values

Mixture No.	*Ratio (C. rotundus : U. dioica : C. cassia)*	*Reported ARF at 30 min, %*
1	1 : 1 : 1	Not available in supplied text
2	2 : 1 : 1	22.18
3	1 : 2 : 1	13.23
4	1 : 1 : 2	24.39

The observed differences may be associated with variations in the chemical composition of the extracts resulting from changes in the proportions of the botanical components. However, these findings alone do not establish additive, synergistic, or antagonistic interactions between the individual plant constituents.

The use of 96 % ethanol may influence the extraction of compounds with different polarities, while solvent composition and reaction conditions can affect the DPPH assay response [4,5]. Therefore, the obtained results should be interpreted as indicators of antiradical activity under the specified experimental conditions. The 30-minute measurement represents a fixed reaction endpoint and does not necessarily indicate that all formulations reached reaction equilibrium. Previous methodological studies have also emphasized the importance of clearly defined concentration units and standardized experimental conditions when comparing IC_{50} values [3–6].

Conclusion

The comparative investigation of medicinal plant mixtures based on *Cyperus rotundus* L., *Urtica dioica* L., and *Cinnamomum cassia* Blume demonstrated that the proportions of botanical components influence their antiradical activity in the DPPH assay. Among the formulations with reported quantitative results, the mixture containing 25 % *C. rotundus*, 25 % *U. dioica*, and 50 % *C. cassia* exhibited the highest antiradical activity, reaching 24.39 % after 30 min of reaction. The corresponding values for the 50:25:25 and 25:50:25 formulations were 22.18 % and 13.23 %, respectively.

The physicochemical characterization of the plant raw materials revealed differences in extractive substance content, moisture, and total ash, providing additional information for their quality assessment and standardization. The findings indicate that the quantitative composition of multicomponent botanical formulations is an important factor affecting their in vitro radical-scavenging response. Further investigations involving standardized extraction procedures, concentration-dependent measurements, and replicated experiments are recommended to provide a more comprehensive evaluation of their antiradical properties.

References

1. Blois M.S. Antioxidant determinations by the use of a stable free radical // Nature. – 1958. – Vol. 181. – P. 1199–1200. – DOI: 10.1038/1811199a0.
2. Brand-Williams, W., Cuvelier M.E., Berset, C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity // LWT. – 1995. – Vol. 28, No. 1. – P. 25–30. – DOI: 10.1016/ S0023-6438(95.

3. Brummelhaus de Menezes, B., Frescura L.M., Duarte, R., Villetti M.A., da Rosa M.B. A critical examination of the DPPH method: Mistakes and inconsistencies in stoichiometry and IC50 determination by UV–Vis spectroscopy // Analytica Chimica Acta. – 2021. – Vol. 1157. – DOI: 10.1016/j.aca.2021.338398.
4. La J.W., Kim, M.-J., Lee J.H. Evaluation of solvent effects on the DPPH reactivity for determining the antioxidant activity in oil matrix // Food Science and Biotechnology. – 2021. – Vol. 30. – P. 367–375. – DOI: 10.1007/s10068-020-00874-9.
5. Wołosiak, R., Drużyńska, B., Derewiaka, D. и др. Verification of the Conditions for Determination of Antioxidant Activity by ABTS and DPPH Assays–A Practical Approach // Molecules. – 2022. – Vol. 27, No. 1. – DOI: 10.3390/molecules27010050.
6. Kotha R.R., Tareq F.S., Yildiz, E., Luthria D.L. Oxidative Stress and Antioxidants–A Critical Review on In Vitro Antioxidant Assays // Antioxidants. – 2022. – Vol. 11, No. 12. – DOI: 10.3390/antiox11122388.
7. Munteanu I.G., Apetrei, C. Analytical Methods Used in Determining Antioxidant Activity: A Review // International Journal of Molecular Sciences. – 2021. – Vol. 22, No. 7. – DOI: 10.3390/ijms22073380.
8. Bokova A.A., Gayibov U.G., Gayibova S.N., Turakhodzhaev M.T., Aripov T.F. Phytochemical screening and anti-radical activity of plant extracts growing in Uzbekistan // Universum: Chemistry and Biology. – 2021. – Vol. 8, No. 86. – DOI: 10.32743/UniChem.2021.86.8.12125.
9. Gayibov U.G., Gayibova S.N., Komilov E.D., Ergashev N.A., Rakhimov R.N., Asrarov M.I., Aripov T.F. Antiradical activity of polyphenol compounds isolated from Euphorbia plants family // Universum: Chemistry and Biology. – 2018. – Vol. 11, No. 53 – URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/6543. (accessed 07.10.2026)
10. Turdalieva P.K. Study of antioxidant properties of medicinal plants of the Fergana Valley // Universum: Chemistry and Biology. – 2025. – No. 138. – DOI: 10.32743/UniChem.2025.138.12.21453.

GREEN CHEMISTRY AND RESOURCE-SAVING TECHNOLOGIES

Статья поступила в редакцию: 20.09.2026
Статья принята к публикации: 25.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 631.85.661

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23456

Technology for producing sulfur-containing lime-ammonium nitrate from local chalk and ammonium sulfate

Rasulov Oybek Kholdarali ugli
PhD
Deputy Director of the Jurayev School private school
Uzbekistan, Fergana
E-mail: orasulov681@gmail.com

Rasulova Dilnavozkhon Alisherjon qizi
Chemistry teacher
at the Jurayev School private school Fergana
Uzbekistan, Fergana

Namazov Shafaat Sattarovich
DSc, prof
academician Head of the Laboratory
Institute of General and Inorganic Chemistry AS RUz
Uzbekistan, Tashkent
E-mail: akademik_42@mail.ru

Технология получения серосодержащей известково-аммиачной селитры на основе местного мела и сульфата аммония

Расулов Ойбек Холдарали угли
PhD
заместитель директора частная школа Jurayev school
Республика Узбекистан, г. Фергана

Расулова Дилнавозхон Алишержон кизи
учитель химии в частной школе Jurayev school
Республика Узбекистан, г. Фергана

Библиографическое описание: Расулов О.Х.У., Расулова Д.А. кизи, Намазов Ш.С. Технология получения серосодержащей известково-аммиачной селитры на основе местного мела и сульфата аммония // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23456

For citation: Rasulov O.K.U., Rasulova D.A.Q., Namazov S.S. Technology for producing sulfur-containing lime-ammonium nitrate from local chalk and ammonium sulfate // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23456

Намазов Шафаат Саттарович
д-р техн. наук, проф.
акад., заведующий лабораторией, Институт общей и неорганической химии АН РУз
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Abstract

The modification of ammonium nitrate (AN) melt with carbonate and sulfate additives to obtain lime-ammonium nitrate (LAN) is a well-established route to nitrogen fertilizers with improved physical and agrochemical properties. This study addresses a step that has not previously been reported for the local-chalk/ammonium-sulfate LAN system: validation of a laboratory-optimized composition through an extended model unit, together with the accompanying process design. Ammonium nitrate melt (99.5 – 99.8 %) was combined with ground local chalk (Kitob deposit, Qashqadaryo region, Uzbekistan; CaCO3 corresponding to 52.23 % CaO and 41.5 % CO2) at NH4NO3:CaCO3 mass ratios of 100:(2 – 58) and, for the sulfur-containing variant, with ammonium sulfate at NH4NO3:CaCO3:(NH4)2SO4 = 100:(2 – 58):(0.5 – 5.0), with 100:24:1 previously identified as the optimum. Mixing was carried out at 170 – 175 degrees C for 7 – 10 minutes, followed by granulation and cooling to 28 – 30 degrees C. An extended 3 L laboratory model unit was operated over a 25-day campaign to verify this composition at larger scale. At the optimum ratio, model-unit granules reproduced the laboratory-scale nitrogen content (28.0 – 28.1 % N), calcium content (~10 % CaO), sulfur content (~0.5 % SO3), and crushing strength (6.05 MPa versus 6.03 MPa at laboratory scale, both far above the 1.32 MPa of unmodified AN).

Аннотация

Модификация плава аммиачной селитры (АС) карбонатными и сульфатными добавками с получением известково-аммиачной селитры (ИАС) является хорошо известным способом получения азотных удобрений с улучшенными физическими и агрохимическими свойствами. В настоящей работе рассмотрен этап, ранее не описанный для системы «местный мел – сульфат аммония»: проверка лабораторно оптимизированного состава в условиях расширенной модельной установки, а также сопутствующая технологическая схема. Плав аммиачной селитры (99,5 – 99,8 %) смешивали с молотым местным мелом (месторождение Китоб, Кашкадарьинская область, Узбекистан; $CaCO_3$, соответствующий 52,23 % CaO и 41,5 % CO_2) при массовых соотношениях NH_4NO_3:$CaCO_3$ = 100:(2 – 58), а для серосодержащего варианта — с сульфатом аммония при NH_4NO_3:$CaCO_3$:$(NH_4)_2SO_4$ = 100:(2 – 58):(0,5 – 5,0), причём ранее оптимальным было установлено соотношение 100:24:1. Смешивание проводили при 170 – 175°C в течение 7 – 10 минут с последующей грануляцией и охлаждением до 28 – 30°C. Расширенная лабораторная модельная установка объёмом 3 л эксплуатировалась в течение 25-суточной кампании для проверки состава в более крупном масштабе. При оптимальном соотношении гранулы, полученные на модельной установке, воспроизвели лабораторные показатели по содержанию азота (28,0 – 28,1 % N), кальция (~10 % CaO), серы (~0,5 % SO_3) и прочности гранул (6,05 МПа против 6,03 МПа на лабораторном уровне, что значительно выше 1,32 МПа для немодифицированной АС).

Keywords: lime-ammonium nitrate, local chalk, ammonium sulfate, technological process scheme, extended model unit, granulation.

Ключевые слова: известково-аммиачная селитра, местный мел, сульфат аммония, технологическая схема, расширенная модельная установка, грануляция.

Introduction

Nitrogen fertilizers based on ammonium nitrate (AN, NH_4NO_3) remain among the most widely used sources of plant-available nitrogen worldwide, valued for their high nitrogen content and dual nitrate/ammonium form of uptake. Global nitrogen fertilizer capacity has continued to expand through the mid-2020s, with ammonia capacity growth concentrated in low-cost feedstock regions and steady demand from irrigated agriculture in Central and South Asia [1]. Uzbekistan is itself a significant regional producer and, under a chemical-sector investment program launched in 2026, is targeting an increase in domestic nitrogen fertilizer output from 2.8 to 4 million tonnes per year by 2030 [2]; AN and its modified derivatives are produced domestically and form a substantial share of the mineral fertilizer supplied to an agricultural sector that depends heavily on irrigated cropland.

A persistent limitation of AN as a stand-alone product is its physical instability: AN undergoes a series of solid-solid polymorphic phase transitions between -17 and 169.6 degrees C, the transition near 32 degrees C being particularly disruptive because it is accompanied by a volume change that promotes granule cracking, caking, and dust formation during storage and handling [3]. These physical shortcomings, together with the oxidizing character and thermal-decomposition hazard of concentrated AN – documented in fertilizer-storage incident analyses [4,5], detonation-sensitivity studies of AN prills [6], and recent methodological guidelines for thermal-hazard assessment of AN systems [7] – have motivated decades of work on inorganic modifiers – magnesium, sulfate, phosphate, and carbonate compounds among them – that are introduced into the AN melt before granulation to stabilize the crystal structure and dilute the product's hazard profile [8].

Carbonate-containing minerals, and calcium carbonate (limestone, chalk, dolomite) in particular, are among the most technologically mature of these modifiers, giving rise to the broad family of products known as calcium-ammonium nitrate or lime-ammonium nitrate (CAN/LAN). Mixing AN melt with ground carbonate rock produces calcium nitrate in situ, which both raises granule strength and lowers the free-AN fraction available for uncontrolled decomposition; density-functional studies of the AN-$CaCO_3$ system indicate that the carbonate anion intercepts protons from the initial steps of AN decomposition, and diffraction studies confirm that carbonate additives eliminate specific low-temperature AN phase transitions altogether, both consistent with the empirically observed stabilizing effect of carbonate additives [9,10]. Industrial CAN/LAN technology based on limestone slurries and drum or tower granulation is well documented in the process literature [11], and the kinetics of carbonate thermal decomposition that underlie the AN-$CaCO_3$ exchange reaction have been characterized in detail for a range of carbonate minerals [12].

Ammonium sulfate, $(NH_4)_2SO_4$, is a second modifier of established but distinct value: physically, the sulfate anion contributes to AN stabilization through a mechanism similar to that of carbonate, and recent thermal-analysis work confirms that ammonium-sulfate-bearing systems are among the most stable of the sulfate-modified AN formulations tested [9,13], while agrochemically it supplies sulfur, a secondary macronutrient whose plant-available soil pool has declined over recent decades owing to reduced atmospheric deposition and the spread of low-sulfur fertilizer formulations; adequate sulfur supply is now recognized as a precondition for efficient nitrogen use by field crops [14]. Combining a carbonate modifier with ammonium sulfate therefore offers a route to a fertilizer that supplies nitrogen, calcium, and sulfur together, rather than nitrogen alone.

The physicochemical basis for using local chalk and ammonium sulfate to modify AN melt – including chalk decarbonization kinetics, granule strength, porosity, caking, dissolution rate, and the density and viscosity of the resulting carbonate-nitrate and carbonate-sulfate-nitrate melts – has already been established in a series of laboratory-scale studies by our group, including a fully quantified physicochemical characterization published in an open-access, internationally indexed venue [15,16]. These studies, together with parallel work on limestone-based lime-ammonium nitrate [17] and, more recently, on other local Uzbek mineral modifiers such as bentonite and glauconite powders [18], converge on a common limitation: without exception, they report bench-scale (metal-beaker or small-reactor) experiments and do not address whether the established compositions and their properties are reproducible at larger scale, or what process modifications an existing AN production line would require.

This is a meaningful gap. Granulation behavior in particular is known to be scale- and equipment-dependent: drum- and tower-granulation studies of nitrate-based NPK fertilizers show that granule growth mechanisms, and the process windows that produce an acceptable size distribution, depend on binder viscosity, mixing intensity, and residence time in ways that a small manual-mixing bench experiment cannot fully anticipate [19]. A composition and property set established in a metal beaker is therefore a necessary but not sufficient basis for a technological recommendation; the missing link is a demonstration that the same formulation performs consistently as equipment scale increases, together with the process data an enterprise needs to evaluate adoption.

This gap is directly relevant to Uzbekistan's chemical industry. The Kitob chalk deposit in the Qashqadaryo region represents a large, unexploited domestic carbonate resource, and domestic ammonium sulfate production capacity already exceeds 230,000 t/year. Replacing imported magnesite – the modifier currently used to stabilize AN at the producing enterprise – with these two domestic raw materials would reduce import dependence while adding calcium and, in the sulfur-containing variant, sulfur to the nutrient package.

The objective of the present work is therefore to validate, rather than re-derive, the previously reported optimal chalk-only and sulfur-containing LAN compositions by carrying them through an extended 25-day laboratory-model-unit campaign, and to report, for the first time for this system, the principal technological process scheme. The working hypothesis is that a formulation whose composition and granule quality are governed primarily by mass ratios and short-residence-time mixing (rather than by phenomena with strong scale-dependent kinetics) will reproduce its bench-

scale properties as the equipment scale increases. The novelty of this study lies not in the chemistry of the AN-chalk-ammonium sulfate system, which has been characterized previously, but in the process description that determines whether that chemistry is ready for practical adoption.

Materials and Methods

Raw materials. Ammonium nitrate was used as a melt obtained by neutralizing nitric acid with gaseous ammonia and evaporating the resulting solution to 99.5 – 99.8 % NH_4NO_3, following the same upstream process used for conventional magnesite-modified AN production. Local chalk ($CaCO_3$) was sourced from the Kitob deposit, Qashqadaryo region, Uzbekistan; the processed material contained 52.23 % CaO and 41.5 % CO_2 and was ground to a particle size not exceeding 0.25 mm before use. Ammonium sulfate, $(NH_4)_2SO_4$, was obtained from «Maxam-Chirchiq» JSC and likewise ground to a particle size not exceeding 0.25 mm.

Extended laboratory model unit. Beyond the metal-beaker bench experiments reported previously [15,16], an extended laboratory model unit was assembled around a 3 L cylindrical reactor of 12X18N10T (X18H10T) stainless steel fitted with a motor-driven blade stirrer. Nitric acid was neutralized with gaseous ammonia in a sealed glass reactor to obtain an AN solution of not less than 63.5 %, which was evaporated at 170 degrees C to the working melt. Ground chalk (chalk-only variant) or ammonium sulfate followed by chalk (sulfur-containing variant, in the ratio NH_4NO_3:$CaCO_3$:$(NH_4)_2SO_4$ = 100:(2 – 58):(0.5 – 5.0)) was introduced into the melt and mixed for 10 minutes, after which the resulting carbonate-nitrate or carbonate-sulfate-nitrate melt was granulated by air-assisted spraying into a 3 L stainless-steel granulator, approximating tower granulation at bench scale. The unit was operated continuously for 25 days to produce trial batches of both product variants; product composition, crystallization temperature, granule strength, friability, porosity, and diesel-oil absorption were determined for each batch using the methods below.

Principal technological process schemes. Based on the laboratory and model-unit results, two principal technological process schemes were developed: one for chalk-only LAN and one for sulfur-containing LAN. Both schemes were designed as additions to the existing magnesite-modified AN production line rather than as stand-alone processes, so that the neutralization and evaporation stages are shared with current production. The schemes are described in the Results and Discussion section and illustrated in Figure 1.

Chemical and physicochemical analysis. Total nitrogen, total and citrate-soluble CaO, and total SO_3 were determined by standard analytical methods. Granule static crushing strength and friability were determined according to GOST 21560.2 – 82 and GOST 21560.5 – 82, respectively [20,21]. Porosity was determined volumetrically using cryoscopic benzene; diesel-oil absorption was determined gravimetrically (100 g sample, 10 g diesel oil, mass uptake reported per 100 g); the hygroscopic point and sorption moisture capacity were determined by the desiccator method; dissolution time in distilled water was recorded as the mean of five replicate determinations; and phase composition was confirmed by X-ray diffraction (XRD-6100, Shimadzu, CuK-alpha radiation) in the source laboratory studies to which the present results are compared [15,16].

Results and Discussion

Principal technological process schemes. Figure 1 summarizes the two process schemes developed from the laboratory and model-unit work. Both share the first two stages with the existing magnesite-modified AN line: neutralization of nitric acid with gaseous ammonia to an AN solution of not less than 63.5 %, and evaporation to a 99.5 – 99.8 % AN melt at 170 degrees C. For chalk-only LAN, ground chalk is metered into the melt through a screw dispenser and blended in a screw mixer for 7 – 10 minutes at 170 – 175 degrees C before granulation. For sulfur-containing LAN, a 35 % ammonium sulfate solution is first blended into the AN melt during evaporation, re-neutralized with ammonia gas, and then combined with metered chalk in a screw mixer/ homogenizer for 7 – 10 minutes. In both cases the resulting melt is granulated (spray granulation in a tower, or intensive-mixing granulation in a drum), screened to the 1 – 4 mm commercial fraction, with oversize crushed and undersize recycled, cooled to 28 – 30 degrees C in a fluidized-bed cooler, and packaged in polyethylene bags; off-gas is routed through a cyclone before release.

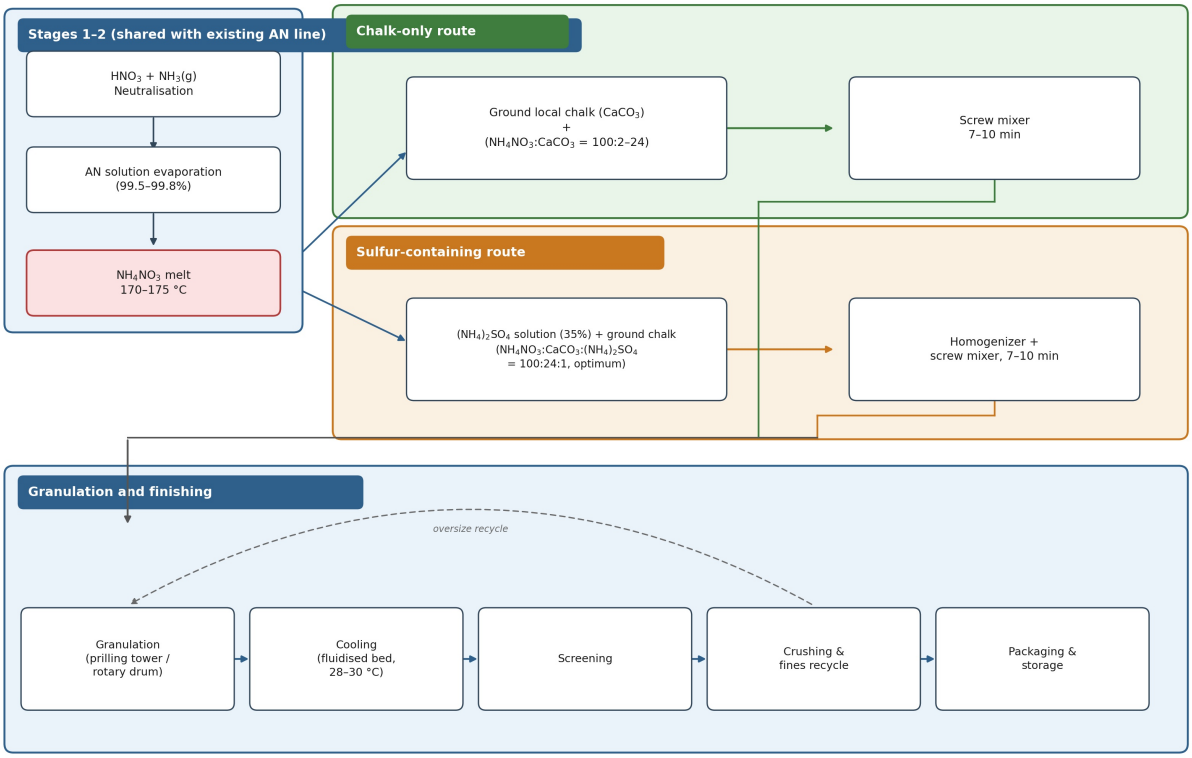


Figure 1. Principal technological process scheme for chalk-only and sulfur-containing lime-ammonium nitrate production, shown as additions to an existing magnesite-modified AN line

The key practical finding of this scheme is that no new major unit operations are required: the existing neutralization, evaporation, granulation, cooling, and packaging equipment used for magnesite-modified AN is retained, and the only additions are a chalk-grinding and dosing line and, for the sulfur-containing variant, an ammonium sulfate solution-mixing step inserted before granulation. This is consistent with the process-design literature on calcium-ammonium nitrate, where carbonate incorporation is likewise implemented as an addition to, rather than a replacement of, existing AN granulation infrastructure [11]. Because the added unit operations are conventional

solids-handling and blending steps rather than novel unit operations, and because the granulation step itself is unchanged from existing practice, the risk profile of adopting this modification is expected to be lower than for a process requiring new reaction chemistry or new equipment types.

From laboratory bench to extended model unit: consistency of composition and granule quality. Table 1 summarizes the composition and strength of chalk-only and sulfur-containing LAN granules produced in the 25-day extended model-unit campaign, alongside the corresponding laboratory-bench values reported previously for the same formulations [15,16]. At every mass ratio examined, the model-unit product falls within 1 – 2 % relative of the laboratory-bench composition and within a few percent of the corresponding strength value; at the optimum sulfur-containing ratio (100:24:1), granule strength was 6.05 MPa in the model unit versus 6.03 MPa at laboratory bench scale (Figure 2), both roughly 4.6 times the strength of unmodified AN (1.32 MPa) and about 3.8 times that of the currently used magnesite-modified AN (1.58 MPa).

This consistency is not a trivial outcome. Granule strength in nitrate-based fertilizer systems is governed by binder viscosity, mixing intensity, and the residence time available for melt-solid interaction before solidification, all of which can shift when moving from a hand-stirred beaker to a mechanically agitated reactor with a different heat- and mass-transfer environment [19]. That the present system reproduced its properties across this scale change indicates that, within the ratio and temperature ranges studied, granule quality is governed primarily by the NH_4NO_3:$CaCO_3$:$(NH_4)_2SO_4$ mass ratio and a minimum 7 – 10 minute mixing time rather than by equipment-specific mixing intensity – a favorable property for further scale-up.

Table 1.

Composition and granule strength of chalk-only and sulfur-containing LAN: laboratory bench versus extended model unit (this study)

Mass ratio NH_4NO_3:$CaCO_3$:$(NH_4)_2SO_4$	N, % (lab/ model unit)	CaO, % (lab/ model unit)	SO_3, % (lab/ model unit)	Strength, MPa (lab/model unit)
100:2 : –	34.22 / 34.21	1.02 / 1.04	–	2.65 / 2.63
100:24 : –	28.12 / 28.11	10.11 / 10.13	–	5.95 / 5.97
100:58 : –	22.06 / 22.02	19.22 / 19.25	–	8.69 / 8.66
100:2.5:0.5	34.0 / 34.10	1.28 / 1.25	0.29 / 0.29	3.32 / 3.31
100:24:1 (optimum)	28.03 / 28.07	10.0 / 10.04	0.50 / 0.53	6.03 / 6.05
100:58:5	21.91 / 21.94	18.55 / 18.57	1.86 / 1.84	9.30 / 9.32

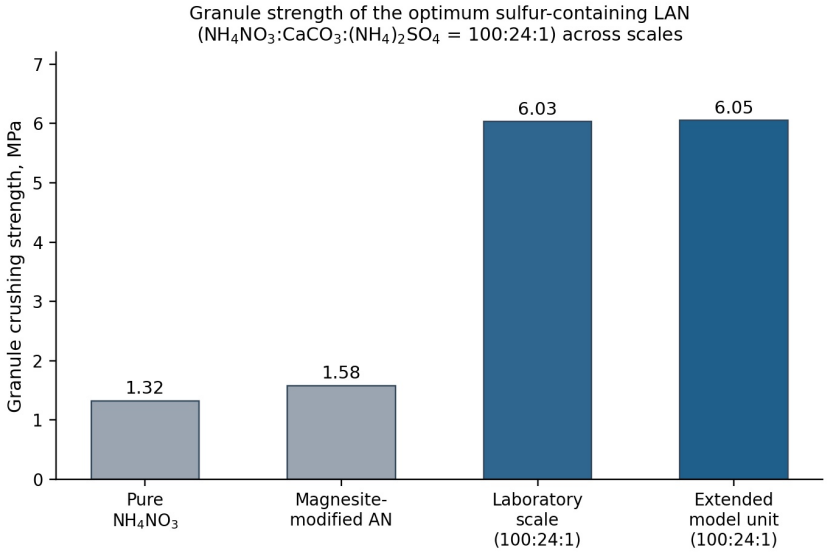


Figure 2. Granule crushing strength of the optimum sulfur-containing LAN (100:24:1) at laboratory and extended-model-unit scale, relative to unmodified and magnesite-modified AN

Comparison with published production and granulation literature. The process-flow structure obtained here parallels the general calcium-ammonium nitrate production approach described by Sozontov, in which AN solution is combined with solid carbonate feedstock ahead of granulation and drying on equipment adapted from existing complex-fertilizer lines [11]. The present results extend that general picture with ratio-specific, source-specific (local chalk) experimental data and with extended-scale experimental confirmation rather than process simulation alone. The consistency of granule strength across scales observed above is also in line with the granulation-mechanism literature, which identifies binder viscosity and mixing time – both effectively fixed by the NH_4NO_3:$CaCO_3$:$(NH_4)_2SO_4$ ratio and the 7 – 10 minute mixing step used here – as the primary controls on granule growth in nitrate-based systems, ahead of drum- or tower-specific effects [19]. The finding is likewise consistent with regional work on other local Uzbek mineral additives for AN, which similarly reports substantial granule-strength gains from bench-scale trials but, unlike the present case, without verification at an enlarged model-unit scale [18].

Technological implications. For an operator currently producing magnesite-modified AN, the practical implication of these results is that adopting either LAN variant is a formulation and dosing change rather than a capital-intensive process redesign: the neutralization, evaporation, granulation tower or drum, fluidized-bed cooling, and packaging equipment are retained, and the incremental investment is limited to chalk grinding/dosing (and, for the sulfur-containing variant, an ammonium sulfate solution line). The 7-10-minute minimum mixing time and the 170 – 175 degrees C mixing temperature identified here define the process window within which the demonstrated granule strength and composition can be expected to hold; operating below this mixing time was found, at laboratory and model-unit scale alike, to leave the NH_4NO_3-$CaCO_3$ exchange reaction incomplete and to reduce granule strength accordingly. Because these parameters were shown to transfer consistently from laboratory bench to the extended model unit, they can be recommended as a starting point for full-scale process design, subject to the standard verification any enterprise would carry out during commissioning of a modified production line.

Conclusion

An extended 25-day laboratory-model-unit campaign reproduced the previously established laboratory-bench composition and strength of both chalk-only lime-ammonium nitrate (N 34.21 – 22.02 %, CaO 1.04 – 19.25 %) and sulfur-containing lime-ammonium nitrate (N 34.17 – 21.94 %, SO3 0.32 – 1.84 %, CaO 1.01 – 18.57 %) within a few percent at every mass ratio examined, indicating that granule quality in this system is controlled primarily by the NH_4NO_3:$CaCO_3$:$(NH_4)_2SO_4$ mass ratio and mixing time rather than by equipment-specific effects.

Principal technological process schemes were established for both product variants as additions to the existing magnesite-modified ammonium nitrate production line, requiring only a chalk dosing/mixing stage (chalk-only variant) or a chalk and ammonium sulfate solution dosing/mixing stage (sulfur-containing variant), with no change to the neutralization, evaporation, granulation, cooling, or packaging equipment.

On the combined laboratory and extended-model-unit evidence, the sulfur-containing formulation at NH_4NO_3:$CaCO_3$:$(NH_4)_2SO_4$ = 100:24:1 (28 % N, 10 % CaO, 0.5 % SO_3, 6.03 – 6.05 MPa granule strength) is recommended as the preferred composition, balancing nutrient content and physical quality.

References

1. International Fertilizer Association (IFA). Medium-Term Fertilizer Outlook 2025–2029: Public Summary. – Paris: IFA Market Intelligence Service, 2025. – 11 P.
2. Uzbekistan launches $17 billion chemical sector transformation roadmap // Indian Chemical News. – 2026. – URL: https://www.indianchemicalnews.com/chemical/lite/uzbekistan-launches-17-billion-chemical-sector-transformation-roadmap-30654 (accessed: 11.09.2026).
3. Kiiski H. Properties of Ammonium Nitrate Based Fertilisers: Doctoral dissertation. – Helsinki: University of Helsinki, 2009.
4. Hadden R.M., Rein G. Small-scale experiments of self-sustaining decomposition of NPK fertilizer and application to events aboard the Ostedijk in 2007 // Journal of Hazardous Materials. – 2011. – Vol. 186, No. 1. – P. 731–737.
5. Marlair G., Kordek M.A. Safety and security issues relating to low capacity storage of AN-based fertilizers // Journal of Hazardous Materials. – 2005. – Vol. 123, No. 1–3. – P. 13–28.
6. Zygmunt B., Buczkowski D. Influence of ammonium nitrate prills' properties on detonation velocity of ANFO // Propellants, Explosives, Pyrotechnics. – 2007. – Vol. 32, No. 5. – P. 411–414.
7. Kaniewski M. Recommendations and guidelines for the safety evaluation of ammonium nitrate systems with the use of thermal analysis // Journal of Loss Prevention in the Process Industries. – 2025. – Vol. 98. – Art. 105740. – DOI: 10.1016/j.jlp.2025.105740.
8. Tyc A., Niewes D., Pankalla E., Huculak-Maczka M., Hoffmann K., Hoffmann J. Anti-Caking Coatings for Improving the Useful Properties of Ammonium Nitrate Fertilizers with Composition Modeling Using Box-Behnken Design // Materials. – 2021. – Vol. 14, No. 19. – Art. 5761. – DOI: 10.3390/ma14195761.

9. Menicacci E., Rotureau P., Fayet G., Adamo C. Toward the Mechanistic Understanding of the Additives' Role on Ammonium Nitrate Decomposition: Calcium Carbonate and Calcium Sulfate as Case Studies // ACS Omega. – 2020. – Vol. 5, No. 10. – P. 5034–5040. – DOI: 10.1021/acsomega.9b03964.
10. Kaniewski M., Huculak-Maczka M., Zielinski J., Biegun M., Hoffmann K., Hoffmann J. Crystalline Phase Transitions and Reactivity of Ammonium Nitrate in Systems Containing Selected Carbonate Salts // Crystals. – 2021. – Vol. 11, No. 10. – Art. 1250. – DOI: 10.3390/cryst11101250.
11. Sozontov V.G. Technology for production of granular calcium-ammonium nitrate // Voprosy Khimii i Khimicheskoi Tekhnologii. – 2021. – No. 6. – P. 87–95. – DOI: 10.32434/0321-4095-2021-139-6-87-95.
12. Baudin F., Bouton N., Wattripont A., Carrier X. Carbonates thermal decomposition kinetics and their implications in using Rock-Eval® analysis for carbonates identification and quantification // Science and Technology for Energy Transition. – 2023. – Vol. 78. – DOI: 10.2516/stet/2023038.
13. Kaniewski M., Biegun M., Hoffmann J. Thermal stability of systems containing ammonium nitrate and sulfate salts: an experimental study // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2023. – Vol. 148. – P. 13051–13064. – DOI: 10.1007/s10973-023-12328-5.
14. Sharma R.K., Cox M.S., Oglesby C., Dhillon J.S. Revisiting the role of sulfur in crop production: A narrative review // Journal of Agriculture and Food Research. – 2024. – Vol. 15. – Art. 101013. – DOI: 10.1016/j.jafr.2024.101013.
15. Rasulov O.Kh., Mamataliyev A.A., Rasulova D., Temirov U., Namazov Sh.S. Physico-chemical properties lime-ammonium nitrate based on chalk, nitrate and ammonium sulphate // E3S Web of Conferences. – 2021. – Vol. 264. – Art. 04012. – DOI: 10.1051/e3sconf/202126404012.
16. Rasulov O.Kh., Mamataliyev A.A., Dadaxodjaeva M.Kh., Namazov Sh.S., Beglov B.M. Production of lime-ammonium nitrate based on chalk, nitrate and ammonium sulfate // Chemical Technology, Control and Management. – 2021. – No. 2. – P. 5–11. – DOI: 10.51346/tstu-02.21.1-77-0001.
17. Juraev N.Yo., Mamataliev A.A., Namazov Sh.S. Granular lime-ammonium nitrate based on a melt of ammonium nitrate and limestone // Universum: Technical Sciences. – 2018. – No. 9 (54). – P. 41–45.
18. Kodirov B., Mamatov Kh., Yusupov A., Kuziboev Sh. Ammonium nitrate with improved properties for agricultural crops // BIO Web of Conferences. – 2025. – Vol. 173. – Art. 03028. – DOI: 10.1051/bioconf/202517303028.
19. Walker G.M., Holl C.R., Ahmad M.N., Fox J.N., Kells A.G. Drum granulation of NPK fertilizers // Powder Technology. – 2000. – Vol. 107, No. 3. – P. 282–288. – DOI: 10.1016/S0032-5910(99)00253-3.
20. ГОСТ 21560.2–82. Mineral Fertilizers. Method for Determination of Static Strength of Granules. – Moscow: Standards Publishing House, 2003. – 4 p.
21. ГОСТ 21560.5–82. Mineral Fertilizers. Method for Determination of Friability. – Moscow: Standards Publishing House, 2003. – 7 p.

BIOLOGY

BIOTECHNOLOGY AND BIONANOTECHNOLOGY

Статья поступила в редакцию: 23.06.2026
Статья принята к публикации: 29.06.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 579.66:664.1.

Bioconversion of oil-and-fat industry by-products into non-traditional feed ingredients using microorganisms: an analytical review of substrates, strains and scientific findings

Aliyeva Gavhar Validjon qizi
Assistant
Tashkent Chemical-Technological Institute
Uzbekistan, Tashkent
E-mail: gavharaliyeva1@gmail.com

Биоконверсия побочных продуктов масложировой промышленности в нетрадиционные кормовые ингредиенты с использованием микроорганизмов: аналитический обзор субстратов, штаммов и научных результатов

Алиева Гавхар Валиджон кызы
ассистент
Ташкентский химико-технологический институт
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Abstract

This analytical review systematizes current scientific evidence on the microbial conversion of oil-and-fat industry by-products into safe and nutritionally improved non-traditional feed ingredients. The review focuses mainly on cottonseed meal and cake, soybean meal, rapeseed meal, sunflower meal, palm-kernel cake and lipid-rich processing residues generated during vegetable-oil extraction and refining. Based on the comparative analysis of 28 legal, technical and peer-reviewed sources, the paper examines how solid-state fermentation, mixed-culture fermentation and enzyme-assisted bioprocessing change crude protein availability, reduce anti-nutritional factors, improve

Библиографическое описание: Алиева Г.В. кызы Биоконверсия побочных продуктов масложировой промышленности в нетрадиционные кормовые ингредиенты с использованием микроорганизмов: аналитический обзор субстратов, штаммов и научных результатов // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23442

For citation: Aliyeva G.V.Q. Bioconversion of oil-and-fat industry by-products into non-traditional feed ingredients using microorganisms: an analytical review of substrates, strains and scientific findings // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23442

digestibility and increase the functional value of feed materials. Bacillus subtilis, Lactobacillus plantarum, Saccharomyces cerevisiae, Candida utilis, Aspergillus niger and Aspergillus oryzae are identified as the most frequently investigated microorganisms. Scientific works show that microbial treatment can reduce free gossypol in cottonseed meal, degrade soybean antigenic proteins, lower glucosinolates and phytic acid in rapeseed meal, and hydrolyse mannan-rich palm-kernel cake. At the same time, the review emphasizes that fermentation cannot be considered a universal solution: its efficiency depends on substrate composition, strain safety, moisture, temperature, duration, post-drying conditions and feed-safety control. For Uzbekistan, where cottonseed and other oilseed by-products are available as local resources, microbial bioconversion may support circular economy, import substitution in feed protein and environmentally safer waste management, provided that it is integrated with veterinary, sanitary and toxicological assessment.

Аннотация

Данный аналитический обзор систематизирует современные научные данные о микробной конверсии побочных продуктов масложировой промышленности в безопасные и питательно улучшенные нетрадиционные кормовые ингредиенты. Обзор сосредоточен главным образом на хлопковом жмыхе и шроте, соевом шроте, рапсовом шроте, подсолнечном шроте, пальмовом ядровом жмыхе и богатых липидами технологических остатках, образующихся при экстракции и рафинации растительных масел. На основе сравнительного анализа 28 нормативных, технических и рецензируемых источников в работе рассмотрено, как твердофазная ферментация, смешанная культуральная ферментация и ферментативная биообработка изменяют доступность сырого протеина, снижают антипитательные факторы, повышают усвояемость и увеличивают функциональную ценность кормовых материалов. Bacillus subtilis, Lactobacillus plantarum, Saccharomyces cerevisiae, Candida utilis, Aspergillus niger и Aspergillus oryzae определены как наиболее часто исследуемые микроорганизмы. Научные работы показывают, что микробная обработка может снижать свободный госсипол в хлопковом шроте, разлагать соевые антигенные белки, понижать глюкозинолаты и фитиновую кислоту в рапсовом шроте и гидролизировать богатый манираном пальмовый ядровый жмых. Вместе с тем в обзоре подчеркивается, что ферментация не может рассматриваться как универсальное решение: её эффективность зависит от состава субстрата, безопасности штамма, влажности, температуры, продолжительности, условий сушки после ферментации и контроля безопасности кормов. Для Узбекистана, где хлопковые и другие масличные побочные продукты доступны как местные ресурсы, микробная биоконверсия может поддержать циркулярную экономику, импортозамещение в области кормового протеина и экологически более безопасное управление отходами при условии её интеграции с ветеринарной, санитарной и токсикологической оценкой.

Keywords: oil-and-fat industry by-products, cottonseed meal, solid-state fermentation, microbial protein, Bacillus subtilis, Saccharomyces cerevisiae, Aspergillus niger, gossypol, non-traditional feed, circular economy, feed safety.

Ключевые слова: побочные продукты масложировой промышленности, хлопковый шрот, твердофазная ферментация, микробный белок, Bacillus subtilis, Saccharomyces cerevisiae, Aspergillus niger, госсипол, нетрадиционные корма, циркулярная экономика, безопасность кормов.

Introduction

The development of livestock, poultry and aquaculture requires a stable supply of safe and digestible feed protein. At the same time, the oil-and-fat industry generates large quantities of secondary raw materials: cakes and meals after mechanical pressing or solvent extraction, soapstock, phosphatide concentrates, spent bleaching earth, acid oil and other residues. Not all of these streams are suitable for feed use; however, protein-rich meals and cakes from cottonseed, soybean, rapeseed, sunflower and palm-kernel processing can be valuable substrates for microbial upgrading if safety is strictly controlled. The scientific relevance of this topic lies at the intersection of feed technology, industrial biotechnology, waste minimization and circular economy.

In Uzbekistan, this direction is also connected with national regulatory priorities. The Law of the Republic of Uzbekistan 'On Waste' defines prevention of harmful effects on human health and the environment, reduction of waste generation and rational use of waste in economic activity as key objectives [1]. The Strategy for Transition to a Green Economy for 2019 – 2030 calls for rational use of natural resources and modernization of production systems [2]. In livestock production, the strengthening of the animal-feed base is reflected in Presidential Resolution PP-121 of 8 February 2022 [3], while veterinary and feed-additive safety are regulated through veterinary legislation and technical regulation [4, 5]. Therefore, research on the conversion of oilseed by-products into feed is not only a technological issue, but also a practical response to environmental policy, feed security and veterinary safety requirements.

Conventional use of oilseed meals is limited by anti-nutritional and toxic compounds. Cottonseed meal contains free gossypol; soybean meal contains antigenic proteins such as glycinin and beta-conglycinin, trypsin inhibitors and oligosaccharides; rapeseed meal contains glucosinolates, phytic acid and fiber; palm-kernel cake is rich in mannan and other non-starch polysaccharides. Microorganisms can partially solve these limitations by producing proteases, phytases, carbohydrases, organic acids and antimicrobial metabolites. As a result, fermentation may transform a low-value by-product into a more digestible feed ingredient with probiotic or postbiotic properties [6-11].

Level of scientific investigation. Research in this area has developed in several directions. The first direction is the fermentation of cottonseed meal, where studies by Xiong et al., Niu et al., Xu et al. and recent systematic reviews show that microbial treatment can reduce gossypol and improve broiler performance [7, 12-14]. The second direction is the fermentation of soybean meal. Mukherjee et al. summarized the role of fermentation in improving soybean-meal quality, while Yao et al. experimentally showed that Bacillus subtilis N-11 can reduce glycinin and beta-conglycinin and increase acid-soluble protein [8, 15]. The third direction is rapeseed meal bioprocessing, where Zhu et al. reported reductions in glucosinolates, phytic acid and crude fiber after microbial fermentation [9]. The fourth direction concerns palm-kernel cake and other fiber-rich oil by-products, where Aspergillus niger, mannanase-assisted systems and mixed cultures have been

studied to reduce mannan and improve nutrient digestibility [10, 16]. General reviews by Betchem et al., Canoy et al., Heuze et al. and others show that solid-state fermentation is currently one of the most promising approaches for upgrading agro-industrial residues into feed protein [6, 17, 18].

Aim and scope of the review. The aim of this review is to analyze and compare scientific findings on the microbiological processing of oil-and-fat industry by-products for non-traditional feed production. The review focuses on: (i) the main substrates generated by oilseed processing; (ii) microorganisms used for bioconversion; (iii) mechanisms of nutritional improvement; (iv) comparison of the results obtained by different researchers; and (v) technological and safety requirements for implementation in Uzbekistan.

Materials and methods

This paper is an analytical review. The methodological basis was a critical comparison of 28 sources, including legal acts of Uzbekistan, technical regulation, peer-reviewed review articles and experimental studies published mainly during 2012 – 2026. Sources were selected according to their relevance to four criteria: oil-and-fat industry by-products as feed substrates; microbial or enzyme-microbial processing; evidence of changes in nutritional quality or anti-nutritional factors; and implications for feed safety. The review does not present new laboratory experiments; instead, it summarizes and compares already published data.

The scientific literature was grouped by substrate type: cottonseed meal/cake, soybean meal, rapeseed meal, palm-kernel cake, sunflower meal and lipid-rich residues. Within each group, the microorganism, fermentation method, major biochemical effect and practical limitation were identified. Particular attention was given to solid-state fermentation because most oilseed meals are low-moisture substrates and can be processed without producing large volumes of wastewater [6, 17].

Results and analytical review

Oil-and-fat industry by-products as substrates for feed bioconversion

Oilseed meals are attractive substrates because they contain residual protein, fiber, minerals and biologically active compounds. Cottonseed meal is particularly relevant for cotton-growing regions; however, free gossypol limits its safe inclusion in diets. Soybean meal is nutritionally valuable but contains antigenic proteins and enzyme inhibitors. Rapeseed meal is cheaper than soybean meal in many regions but is restricted by glucosinolates and phytic acid. Palm-kernel cake is rich in fiber and mannan, which reduce digestibility. Sunflower meal has a favorable amino acid profile for some animal species but high fiber content can limit its use in poultry and young animals.

The central technological idea is not to treat these by-products as waste, but as secondary raw materials. In this sense, microbial processing corresponds to circular-economy principles: value is retained within the production chain, environmental load is reduced, and dependence on imported protein ingredients can decrease [1, 2, 6].

Microorganisms used for upgrading oilseed meals

Bacillus subtilis is one of the most widely used organisms because it produces extracellular proteases, amylases and other hydrolytic enzymes. It can degrade macromolecular proteins and reduce some anti-nutritional factors in soybean and cottonseed meals [8, 15]. Lactobacillus plantarum and related lactic-acid bacteria acidify the substrate, inhibit undesirable microflora and may improve palatability. Saccharomyces cerevisiae and Candida utilis contribute microbial biomass, B vitamins and protein enrichment and have been used for cottonseed meal fermentation [12, 19]. Aspergillus niger and Aspergillus oryzae are important fungal producers of cellulase, xylanase, phytase and protease; they are especially useful for fiber-rich substrates such as palm-kernel cake and soybean meal [10, 16, 20].

The choice of microorganism determines the final technological result. Bacterial fermentation is often faster and safer for industrial standardization, while fungal fermentation can hydrolyse complex fiber and phytate more effectively. Mixed-culture fermentation may combine these advantages, but it also requires stricter control of microbial compatibility, contamination, toxin formation and reproducibility [6, 17, 21].

Table 1.

Comparative analysis of scientific studies on microbial processing of oil-and-fat industry by-products

Researchers / source	Substrate	Microorganism / method	Main reported effect	Practical significance	Ref.
Xiong et al.	Cottonseed meal	Candida utilis, solid-state fermentation	Evaluated growth and toxic response of broilers fed fermented vs. unfermented cottonseed meal	Shows that detoxification and animal-response testing must be combined	[12]
Niu et al.	Cottonseed meal	Bacillus subtilis fermentation	Improved production performance and reduced fat deposition in broiler chickens	Supports partial substitution of conventional protein feed	[13]
Esen et al.	Cottonseed meal	Systematic review of SSF studies	Summarized evidence that fermented cottonseed meal improves broiler growth while maintaining feed efficiency	Provides higher-level evidence for poultry feeding practice	[7]
Yao et al.	Soybean meal	Bacillus subtilis N-11, anaerobic SSF	Reduced glycinin and beta-conglycinin and increased acid-soluble protein	Demonstrates protein hydrolysis and ANF reduction	[15]
Mukherjee et al.	Soybean meal	Review of bacterial and fungal fermentation	Explained degradation of anti-nutritional factors and improvement of nutritional quality	Foundation for fermented soybean meal technology	[8]
Zhu et al.	Rapeseed meal	Multi-strain fermentation	Reduced glucosinolates, phytic acid and fiber; improved nutritional quality	Important for replacing part of soybean meal	[9]
Shuai et al.	Rapeseed meal	Fermented rapeseed meal in poultry diets	Reported increase in small-molecular proteins and reduction of glucosinolates	Connects chemical improvement with growth performance	[22]
Mi et al.	Palm-kernel cake	Aspergillus niger + mannanase	Reduced mannan and ADF; increased crude protein and digestibility in beef cattle trial	Shows enzyme-microbial synergy for fiber-rich residues	[10]

Researchers / source	Substrate	Microorganism / method	Main reported effect	Practical significance	Ref.
Liu et al.	Palm-kernel cake	Enzyme-bacteria pretreatment	Reduced anti-nutritional factors and enhanced nutritional value	Promising approach for high-fiber oil residues	[16]
Betchem et al.	Various agro-industrial residues	Review of solid-state fermentation	Generalized improvements in crude protein, enzymes, digestibility and antioxidant activity	Broad technological framework for feed production	[6]

Cottonseed meal: gossypol reduction and regional relevance

Cottonseed meal is the most important oilseed by-product for cotton-producing countries. Its feed use is limited by free gossypol, a phenolic aldehyde that can impair growth, reproduction and health when present above safe levels. Microbial fermentation can reduce free gossypol through adsorption, enzymatic transformation and binding with microbial proteins. Xiong et al. studied cottonseed meal fermented with Candida utilis and compared it with unfermented cottonseed meal and soybean meal in broilers, thereby showing that nutritional evaluation must include both chemical detoxification and animal safety response [12]. Niu et al. reported that fermented cottonseed meal improved broiler performance and affected fat deposition, indicating that fermentation changes not only toxicity but also metabolism [13].

Recent systematic evidence also supports the potential of fermented cottonseed meal. Esen et al. concluded that solid-state fermented cottonseed meal can increase body-weight gain and feed intake of broilers while maintaining feed efficiency [7]. Xu et al. noted that fermentation with Bacillus subtilis and Saccharomyces cerevisiae is associated with reduced free gossypol and improved nutritional value [14]. For Uzbekistan, this direction is especially important because cottonseed cake and meal are local by-products of the vegetable-oil industry; however, their usemust be accompanied by laboratory control of free gossypol, moisture, mycotoxins and microbial contamination.

Soybean meal: degradation of antigenic proteins and improvement of digestibility

Soybean meal is a standard plant-protein feed but contains anti-nutritional factors that reduce digestibility in young animals. Mukherjee et al. reviewed the role of fermentation in soybean meal and concluded that microbial processing can reduce anti-nutritional compounds and improve nutritional quality [8]. Yao et al. provided experimental evidence: after screening high-protease Bacillus strains, they identified Bacillus subtilis N-11, which increased acid-soluble protein and reduced glycinin and beta-conglycinin by 82.38 % and 88.32 %, respectively [15]. This result is important because antigenic proteins are one of the main reasons for intestinal irritation in piglets, calves and young poultry.

Fermented soybean meal research is useful as a technological model for other oilseed meals. The main mechanism is proteolysis: microorganisms break large storage proteins into peptides and amino acids. Simultaneously, microbial phytase and organic acids reduce phytate and improve mineral availability. However, soybean meal is more expensive than many local by-products; therefore, for Uzbekistan the main value of these studies is methodological: they show how strain screening, enzyme activity and product standardization should be organized.

Rapeseed meal: glucosinolate and phytic-acid reduction

Rapeseed meal is rich in protein but contains glucosinolates and phytic acid. Glucosinolate breakdown products can affect thyroid function and feed intake, while phytate reduces phosphorus availability. Zhu et al. studied the improvement of rapeseed meal by mixed microbial fermentation and reported reductions in glucosinolates, phytic acid and crude fiber [9]. Shuai et al. further showed that fermented rapeseed meal can increase the share of small-molecular proteins and reduce glucosinolate content, connecting biochemical changes with animal growth and immune indicators [22].

Compared with cottonseed meal, rapeseed meal fermentation is less focused on detoxifying one dominant toxic compound and more focused on a complex improvement of protein, fiber and mineral availability. This means that the best strains are often mixed cultures or fungi-bacteria combinations rather than a single species. The technological challenge is to obtain stable glucosinolate reduction without producing undesirable metabolites.

Palm-kernel cake and other fiber-rich residues

Palm-kernel cake is not a typical Uzbek raw material, but it is scientifically important because it represents the fiber-rich group of oil-industry residues. Mi et al. showed that co-fermentation of palm-kernel cake with Aspergillus niger and mannanase reduced mannan and acid detergent fiber, increased crude protein and improved dry matter, crude protein and neutral detergent fiber digestibility in beef cattle [10]. Liu et al. also demonstrated that enzyme-bacteria pretreatment can reduce anti-nutritional factors in palm-kernel cake and improve its feeding value [16].

These studies show that fungal fermentation and enzyme assistance are especially useful when the limiting factor is fiber rather than toxicity. This conclusion is relevant for sunflower meal and other high-fiber oilseed meals. In such substrates, the main target should be cellulase, xylanase, beta-mannanase and phytase activity, not only crude protein increase.

Mechanisms of microbial improvement

The reviewed studies indicate five main mechanisms. First, protease-producing microorganisms hydrolyse large proteins into peptides, increasing acid-soluble protein and digestibility [8, 15]. Second, phytase and organic acids reduce phytic acid and improve mineral bioavailability [9, 20]. Third, fiber-degrading enzymes reduce cellulose, hemicellulose, beta-mannan and acid detergent fiber, which is important for palm-kernel and sunflower meals [10, 16]. Fourth, selected microbes may detoxify or bind anti-nutritional compounds such as gossypol or glucosinolates [7, 12-14, 22]. Fifth, microbial biomass itself enriches the substrate with protein, nucleotides, vitamins and biologically active metabolites [6, 17].

The practical effect of these mechanisms is not identical for all animal species. Poultry and piglets benefit most from protein hydrolysis and anti-nutritional factor reduction because their digestive system is sensitive to antigenic proteins and toxins. Ruminants may benefit more from fiber hydrolysis and rumen microbiota modulation. Aquaculture feed can benefit from replacement of fishmeal or soybean meal with fermented plant protein, but amino-acid balance and palatability must be carefully evaluated.

Technological scheme for non-traditional feed production

A scientifically justified process for converting oilseed by-products into fermented feed may include the following stages: raw-material receiving and testing; grinding and sieving; moisture adjustment; sterilization or hygienic heat treatment when necessary; inoculation with selected starter culture; solid-state fermentation under controlled temperature and aeration; drying at a temperature that preserves nutrients but stops uncontrolled microbial growth; milling; quality control; packaging and storage. For cottonseed meal, free gossypol must be included in the control program. For fungal fermentation, aflatoxins and other mycotoxins must be monitored. For all products, microbiological safety, moisture, crude protein, fiber, ash, amino acids and shelf-life stability should be determined.

Table 2.

Technological comparison of microorganisms used for oilseed by-product fermentation

Microorganism	Main enzymes / functions	Suitable substrates	Advantages	Risks / control points
Bacillus subtilis	Protease, amylase, possible phytase	Soybean meal, cottonseed meal	Fast protein hydrolysis; industrially scalable	Strain identification and absence of toxin genes
Lactobacillus plantarum	Lactic acid, antimicrobial metabolites	Mixed meals, moist substrates	pH reduction; hygienic stabilization	Moisture control and drying stability
Saccharomyces cerevisiae	Microbial biomass, vitamins, enzymes	Cottonseed meal, mixed substrates	Protein enrichment; palatability improvement	Overgrowth if drying is insufficient
Candida utilis	Microbial protein, detoxifying capacity	Cottonseed meal	Useful for gossypol reduction studies	Feed-grade strain safety
Aspergillus niger	Cellulase, xylanase, phytase, mannanase	Palm-kernel cake, high-fiber meals	Strong fiber and phytate degradation	Mycotoxin control and strain certification
Aspergillus oryzae	Protease, amylase, phytase	Soybean and cereal-oilseed mixes	Traditional safe fermentation organism	Controlled culture purity required

Discussion

The comparison of studies shows that microbial bioconversion is most effective when the target limitation of the substrate is clearly identified. If the main problem is gossypol, as in cottonseed meal, the selected culture must be tested primarily for detoxification and animal tolerance. If the main problem is antigenic protein, as in soybean meal, protease activity and peptide formation are the most important indicators. If the main limitation is glucosinolate or phytate, as in rapeseed meal, mixed fermentation with phytase-producing strains becomes more relevant. If the limiting factor is mannan and fiber, as in palm-kernel cake, Aspergillus-based or enzyme-assisted systems are more effective.

The works of Xiong et al., Niu et al. and Xu et al. are important because they connect chemical detoxification of cottonseed meal with broiler performance and safety [12-14]. Yao et al. provide a more mechanistic model: the authors screened protease-producing Bacillus strains and demonstrated specific reductions in soybean antigenic proteins [15]. Zhu et al. and Shuai et al. show

that rapeseed meal fermentation requires simultaneous attention to glucosinolates, phytic acid, fiber and protein fractions [9, 22]. Mi et al. demonstrate a modern tendency: microorganism plus enzyme co-processing, which may be more predictable than relying on the microorganism alone [10].

The advantages of fermented feed ingredients are clear: better digestibility, lower anti-nutritional factors, possible probiotic/postbiotic effects, higher local-resource utilization and lower environmental pressure. Nevertheless, three limitations must be emphasized. First, crude protein increase after fermentation may partly result from dry-matter loss; therefore, true amino-acid improvement should be measured, not only nitrogen concentration. Second, microbial safety must be verified for each strain and batch. Third, feeding trials are indispensable: chemical improvement does not automatically mean improved animal performance.

For Uzbekistan, the most realistic starting point is cottonseed meal and cake. The country has local cottonseed-processing capacity, and the feed sector needs affordable protein ingredients. A pilot technology should therefore begin with starter cultures that have already shown gossypol-reduction potential, such as Bacillus subtilis, Saccharomyces cerevisiae or Candida utilis. The product should be standardized according to feed-safety regulations, including veterinary control, residual toxin control and hygienic indicators [4, 5].

Conclusion

The reviewed evidence confirms that oil-and-fat industry by-products can be converted into nutritionally improved non-traditional feed ingredients by selected microorganisms. Solid-state fermentation is the most suitable technological form for oilseed meals because it requires limited water, produces little effluent and fits the physical properties of cakes and meals. Bacillus subtilis is most effective for protein hydrolysis and soybean-meal improvement; Saccharomyces cerevisiae, Candida utilis and Bacillus-based systems are promising for cottonseed meal detoxification; Aspergillus niger and enzyme-assisted systems are suitable for fiber-rich residues such as palm-kernel cake; mixed cultures may be more effective for rapeseed meal because several anti-nutritional factors must be reduced simultaneously.

The scientific comparison also shows that no single microorganism or fermentation regime is universal. The substrate, target anti-nutritional factor, animal species and required safety level must determine the process. For practical application in Uzbekistan, fermented cottonseed meal is the most relevant direction. Future studies should include: selection of local safe strains; optimization of moisture, inoculum dose, temperature and fermentation time; determination of free gossypol and mycotoxins; amino-acid and digestibility testing; broiler, cattle or aquaculture feeding trials; and economic assessment of replacing imported feed protein. If these conditions are met, microbial conversion of oil-and-fat industry by-products may become an important element of sustainable feed production and circular bioeconomy.

References

1. Law of the Republic of Uzbekistan-II 'On Waste'. 5 April 2002. National Database of Legislation of the Republic of Uzbekistan – No. 362. – URL: https://lex.uz/uz/docs/-42423 (accessed: 09.09.2026).

2. Resolution of the President of the Republic of Uzbekistan No. PP-4477 'On approval of the Strategy for Transition of the Republic of Uzbekistan to a Green Economy for 2019–2030'. 4 October – URL: https://lex.uz/en/docs/7582760 (accessed: 09.09.2026).
3. Resolution of the President of the Republic of Uzbekistan No. PP-121 'On measures to further develop livestock farming and strengthen the animal feed supply'. 8 February 2022. FAOLEX record.
4. Law of the Republic of Uzbekistan No. LRU-397 'On introducing amendments and additions to the Law of the Republic of Uzbekistan On Veterinary Medicine'. 29 December – 2015. – URL: https://lex.uz/docs/6819747 (accessed: 09.09.2026).
5. Resolution of the Cabinet of Ministers of the Republic of Uzbekistan 'On approval of the General technical regulation on the safety of veterinary medicinal products and feed additives'. 11 November – 2017. – No. 905. – URL: https://lex.uz/en/docs/7192487 (accessed: 09.09.2026).
6. Betchem G. et al. Prospects and application of solid-state fermentation in animal feed production – a review // Annals of Animal Science. – 2024. – DOI: 10.2478/aoas-2024-0029.
7. Esen S. et al. Effect of Solid-State Fermented Cottonseed Meal on Broiler Chickens: A Systematic Review // Fermentation. – 2024. – Vol. 10, No. 11. – Art. 562.
8. Mukherjee R., Chakraborty R., Dutta A. Role of fermentation in improving nutritional quality of soybean meal – a review // Asian-Australasian Journal of Animal Sciences. – 2016. – Vol. 29, No. 11. – P. 1523–1529. – DOI: 10.5713/ajas.15.0627.
9. Zhu X. et al. Improvement of the Nutritional Quality of Rapeseed Meal by Microbial Fermentation // Fermentation. – 2023. – Vol. 9, No. 5. – Art. 492.
10. Mi H. et al. Fermented palm kernel cake improves the nutrient degradation of beef cattle by modulating the rumen microbiota // Frontiers in Microbiology. – 2025. – DOI: 10.3389/fmicb.2025.1712275.
11. Canoy T.S. et al. Solid-State Fermented Plant Foods as New Protein Sources // Annual Review of Food Science and Technology. – 2024. – DOI: 10.1146/annurev-food-060721-013526.
12. Xiong J.L. et al. Growth performance and toxic response of broilers fed diets containing fermented or unfermented cottonseed meal // Journal of Animal and Feed Sciences. – 2016. – P. 348–353.
13. Niu J.L., et al. Fermented cottonseed meal improves production performance and reduces fat deposition in broiler chickens. 2020. PubMed Central record: PMC7961297. P. 680–691.
14. Xu M. et al. Fermented cottonseed meal improves production performance and intestinal health indicators in poultry // Frontiers in Veterinary Science. – 2025. – DOI: 10.3389/fvets.2025.1622229.
15. Yao Y., Li H., Li J., Zhu B., Gao T. Anaerobic Solid-State Fermentation of Soybean Meal With Bacillus sp. to Improve Nutritional Quality // Frontiers in Nutrition. – 2021. – Vol. 8. – Art. 706977. – DOI: 10.3389/fnut.2021.706977.
16. Liu Y. et al. Pretreatment of Palm Kernel Cake by Enzyme-Bacteria and Its Effects on Anti-Nutritional Factors and Nutritional Value // Animals. – 2025. – Vol. 15, No. 2. – Art. 116.

17. Heuze V. et al. Could fermentation of soybean and rapeseed meal be an efficient way to improve their nutritional value for animal feeding? // OCL – Oilseeds and Fats, Crops and Lipids. – 2025.
18. Shuai C., et al. Effect of fermented rapeseed meal on growth performance, nutrient digestibility and immune function in broilers. 2023. P. 420–429.
19. Teng D., Gao M., Yang Y., Liu B., Tian Z., Wang J. Bio-modification of soybean meal with Bacillus subtilis or Aspergillus oryzae // Biocatalysis and Agricultural Biotechnology. – 2012. – Vol. 1. – P. 32–38. – DOI: 10.1016/j.bcab.2011.08.005.
20. Naing H.T.H., Swe K.H., Muu K.S., Oo S.M. Solid State Fermentation of Soybean Meal with Aspergillus niger for Upgrading Nutritive Values // International Journal of Innovation Education and Research. – 2019. – Vol. 7, No. 5. – P. 374–381.
21. Sugiharto S., Ranjitkar S. Recent advances in fermented feeds towards improved broiler chicken performance, gastrointestinal tract microecology and immune responses: A review // Animal Nutrition. – 2019. – Vol. 5, No. 1. – P. 1–10.
22. Gao M. et al. Meta-Analysis of Incorporating Glucosinolates into Diets and Its Effects on Ruminant Growth, Digestion and Milk Composition // Animals. – 2025.
23. Liu Y. et al. Fermented Rapeseed Meal Improves Growth Performance and Nutrient Utilization in Broilers // PubMed Central record: PMC12896925. – 2026.
24. Akhirini N., et al. Fermented soybean meal using Bacillus subtilis and Aspergillus oryzae positively enhances cecal microbial composition and broiler performance. 2025. PubMed Central record: PMC13064996.
25. Olukomaiya O., Fernando C., Mereddy R., Li X., Sultanbawa Y. Solid-state fermented plant protein sources in the diets of broiler chickens: A review // Animal Nutrition. – 2019. – Vol. 5. – P. 319–330.
26. Shi C. et al. Effects of solid-state fermentation on the nutritional quality of agro-industrial by-products used in animal feed: a review // Journal of Animal Science and Biotechnology. – 2020.
27. Bourdichon F., Casaregola S., Farrokh C. et al. Food fermentations: microorganisms with technological beneficial use // International Journal of Food Microbiology. – 2012. – Vol. 154. – P. 87–97.
28. Salami S.A., Luciano G., O'Grady M.N. et al. Sustainability of feeding plant by-products: A review of the implications for ruminant meat production // Animal Feed Science and Technology. – 2019. – Vol. 251. – P. 37–55.

ECOLOGY AND ENVIRONMENTAL PROTECTION

Статья поступила в редакцию: 23.09.2026
Статья принята к публикации: 01.10.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 664.85+634.22

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23495

Biochemical characteristics of plum (*Prunus domestica L.*) fruits and assessment of their suitability for different processed products

Djalilov Nodir Latipjanovich
Research Institute of Horticulture Viticulture and Winemaking named after Academician M. Mirzaev
Republic of Uzbekistan, Tashkent
ORCID: https://orcid.org/0009-0000-4101-8926
E-mail: ndjalilov7@gmail.com

Биохимические характеристики плодов сливы (*Prunus domestica L.*) и оценка их пригодности для различных переработанных продуктов

Джалилов Нодир Латипжанович
исследователь, Научно-исследовательский институт садоводства, виноградарства и виноделия имени академика М. Мирзаева
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Abstract

The biochemical composition of fruits determines both their nutritional value and the technological behaviour of the raw material during processing. The present study evaluated six plum (Prunus domestica L.) cultivars — Ispolinskaya (control), Black Diamond, Kirgizskaya Prevoskhodnaya, Monfort, Chernosliv Samarkandskiy and Yutuq — grown under the conditions of Uzbekistan over five consecutive seasons (2021–2025), with the aim of assigning each cultivar to a specific processing direction: candied fruit, marmalade or pastille. Dry matter, total soluble solids, titratable acidity and pectin substances were determined by standard methods, the sugar–acid ratio was calculated, and sensory properties were scored on a five-point scale by a seven-member panel. Dry matter ranged from 18.44±0.52 to 23.62±0.78 %, total soluble solids from 16.64±1.35 to 20.54±0.84 °Bx, titratable acidity from 0.47±0.04 to 0.73±0.06 %, and pectin from 0.66±0.02 to

Библиографическое описание: Джалилов Н.Л. Биохимические характеристики плодов сливы (Prunus domestica L.) и оценка их пригодности для различных переработанных продуктов // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23495

For citation: Djalilov N.L. Biochemical characteristics of plum (Prunus domestica L.) fruits and assessment of their suitability for different processed products // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23495

1.09±0.03 %. Chernosliv Samarkandskiy accumulated the highest dry matter, soluble solids and pectin contents, whereas the highest sugar–acid ratio (35.8) was recorded in Black Diamond. Analysis of between-season variability showed that titratable acidity was the most season-dependent parameter (CV 8.2–10.1 %), with maximum values in all six cultivars occurring in the same season (2022), while pectin accumulation proved to be a stable cultivar-specific trait (CV 2.9–3.6 %) and can therefore be used as a reliable criterion when allocating raw material to gel-type products. Overall sensory scores ranged from 4.2 to 4.8 points. Monfort and Chernosliv Samarkandskiy are recommended for candied fruit production, and Chernosliv Samarkandskiy and Kirgizskaya Prevoskhodnaya for marmalade and pastille manufacturing.

Аннотация

Биохимический состав плодов определяет как их пищевую ценность, так и технологическое поведение сырья в процессе переработки. В статье приведены результаты пятилетних (2021–2025 гг.) исследований шести сортов сливы (Prunus domestica L.) — Исполинская (контроль), Блек Даймонд, Киргизская превосходная, Монфор, Чернослив самаркандский и Ютук, возделываемых в условиях Узбекистана, проведённых с целью обоснования направления их переработки на цукаты, мармелад и пастилу. Определяли содержание сухих веществ, растворимых сухих веществ, титруемую кислотность и пектиновые вещества, рассчитывали сахарокислотный коэффициент, органолептические показатели оценивали по пятибалльной шкале дегустационной комиссией из семи человек. Содержание сухих веществ варьировало от 18,44±0,52 до 23,62±0,78 %, растворимых сухих веществ — от 16,64±1,35 до 20,54±0,84 °Вх, титруемой кислотности — от 0,47±0,04 до 0,73±0,06 %, пектиновых веществ — от 0,66±0,02 до 1,09±0,03 %. Наибольшие значения этих показателей отмечены у сорта Чернослив самаркандский, наибольший сахарокислотный коэффициент (35,8) — у сорта Блек Даймонд. Установлено, что титруемая кислотность является наиболее зависимым от года показателем (CV 8,2–10,1 %), причём максимальные значения у всех шести сортов приходились на один и тот же (2022) год, тогда как накопление пектина представляет собой устойчивый сортовой признак (CV 2,9–3,6 %) и может служить надёжным критерием при распределении сырья на желейные изделия. Общая органолептическая оценка составила 4,2–4,8 балла. Для производства цукатов рекомендованы сорта Монфор и Чернослив самаркандский, для мармелада и пастилы — Чернослив самаркандский и Киргизская превосходная.

Keywords: plum, Prunus domestica L, cultivar, dry matter, total soluble solids, titratable acidity, pectin, sugar–acid ratio, sensory evaluation, candied fruit, marmalade, pastille, complex processing.

Ключевые слова: слива, Prunus domestica L, сорт, сухие вещества, растворимые сухие вещества, титруемая кислотность, пектин, сахарокислотный коэффициент, органолептическая оценка, цукаты, мармелад, пастила, комплексная переработка.

Introduction

Plum (Prunus domestica L.) is one of the most widely cultivated stone fruit species and one of the most suitable for industrial processing. The combination of sugars, organic acids, pectic substances, polyphenolic compounds and mineral elements present in its fruits determines both the nutritional and the technological value of the raw material [1, 2].

In fruit processing, the suitability of raw material for a particular product is governed primarily by the contents of dry matter and total soluble solids, by titratable acidity and by the amount of pectic substances. High dry matter and sugar contents increase product yield during osmotic treatment (sugar infusion) and reduce the energy required for subsequent drying [3, 4], whereas pectic substances are responsible for gel formation and for the elastic texture of structured products such as marmalade and pastille [5, 6]. The ratio between sugars and acids — the sugar–acid ratio — is an integral indicator that determines the taste balance of the final product and the stability of the boiling process [7].

The literature shows that the chemical composition of plum fruits varies widely depending on cultivar, climatic conditions, maturity stage and season [7, 8, 9]. Consequently, a multi-year characterisation of local and introduced cultivars, followed by their allocation to specific product types, is of considerable practical importance for each growing region. For the conditions of Uzbekistan, the suitability of plum cultivars for complex (waste-free) processing — in particular, the possibility of obtaining candied fruit, marmalade and pastille from the same raw material — has not been sufficiently studied.

The aim of this study was to evaluate the biochemical characteristics of plum cultivars grown under the conditions of Uzbekistan over a five-year period and, on this basis, to develop scientifically substantiated recommendations for their allocation to candied fruit, marmalade and pastille production.

Materials and methods

Six plum cultivars grown in the Tashkent district of the Tashkent region (Uzbekistan) — Ispolinskaya (control), Black Diamond, Kirgizskaya Prevoskhodnaya, Monfort, Chernosliv Samarkandskiy and Yutuq — were used as the objects of the study. Samples were collected at the stage of consumer ripeness during five consecutive seasons (2021–2025), in three replicates per cultivar, each replicate consisting of 100 fruits.

Dry matter content was determined gravimetrically according to GOST 28561-90 by drying 5 g samples of homogenised pulp in pre-weighed glass weighing bottles at 105 °C to constant weight in an SNOL 58/350 laboratory drying oven (AB UMEGA Group, Lithuania; working range up to 350 °C, temperature control accuracy ±2 °C). Samples were weighed on a Pioneer PX224 analytical balance (Ohaus Corporation, USA; capacity 220 g, readability 0.0001 g, accuracy class I (special) according to OIML R76).

Total soluble solids were measured refractometrically according to GOST ISO 2173 – 2013 in juice pressed from the homogenised pulp, using a PAL-1 digital hand-held refractometer (Atago Co., Ltd., Japan; measuring range 0.0–53.0 °Bx, resolution 0.1 °Bx, accuracy ±0.2 °Bx, automatic temperature compensation 10–40 °C). Before each series of measurements the instrument was zeroed with distilled water at 20 °C.

Titratable acidity was determined according to GOST ISO 750 – 2013 by titrating an aqueous extract of the pulp with 0.1 N NaOH to pH 8.1 (phenolphthalein end point) and expressed as malic acid. Titration was performed with a 25 mL glass burette with 0.1 mL graduation, accuracy class A according to ISO 385 (maximum permissible error ±0.03 mL); the end point was controlled with an HI 2211 pH meter (Hanna Instruments, Romania; accuracy ±0.01 pH). The titre of the NaOH solution was checked against a standard-titre ampoule (fixanal). Pectic substances were determined by the calcium pectate method (Ermakov), with drying and weighing of the calcium pectate precipitate on the same oven and analytical balance described above. All measuring instruments had valid verification (calibration) certificates for the period of the study.

Sensory evaluation (appearance, taste, texture, aroma and overall score) was carried out by a panel of seven trained assessors on a five-point scale.

The sugar–acid ratio was calculated as the ratio of total soluble solids to titratable acidity. Data were processed in Microsoft Excel and Statistica; the arithmetic mean (M), standard deviation (SD) and coefficient of variation (CV, %) were calculated. Differences between cultivars were tested by analysis of variance (ANOVA) at $p < 0.05$.

Results and discussion

The five-year data showed that the studied cultivars differed significantly in their biochemical characteristics (Table 1).

Table 1.

Main chemical and technological indicators of plum fruits (2021–2025)

Cultivar	Dry matter, %	Total soluble solids, °Bx	Titratable acidity, %	Sugar–acid ratio	Pectin, %
Ispolinskaya (control)	22.08±0.48	18.88±0.86	0.59±0.06	32.1	0.76±0.02
Black Diamond	19.94±0.78	16.84±0.79	0.47±0.04	35.8	0.81±0.03
Kirgizskaya Prevoskhodnaya	18.44±0.52	16.80±0.43	0.57±0.06	29.7	0.98±0.03
Monfort	22.26±0.64	19.12±0.74	0.69±0.06	27.7	0.88±0.03
Chernosliv Samarkandskiy	23.62±0.78	20.54±0.84	0.73±0.06	28.1	1.09±0.03
Yutuq	20.60±1.98	16.64±1.35	0.52±0.05	32.2	0.66±0.02
Mean	**21.16**	**18.13**	**0.60**	**30.2**	**0.86**

Note: values are presented as M±SD based on five seasons (n = 5).

The difference between cultivars in dry matter accumulation reached 5.18 %. The highest content was recorded in Chernosliv Samarkandskiy (23.62±0.78 %), exceeding the control Ispolinskaya (22.08±0.48 %) by 1.54 %. Monfort also exceeded the control (22.26±0.64 %), while the lowest value was found in Kirgizskaya Prevoskhodnaya (18.44±0.52 %).

The same ranking was maintained for total soluble solids: Chernosliv Samarkandskiy (20.54±0.84 °Bx) and Monfort (19.12±0.74 °Bx) exceeded the control (18.88±0.86 °Bx) by 1.66 and 0.24 °Bx, respectively. The lowest accumulation was observed in Yutuq (16.64±1.35 °Bx) and Kirgizskaya Prevoskhodnaya (16.80±0.43 °Bx). These values are consistent with the ranges reported for European plum cultivars [1, 2].

Titratable acidity varied from 0.47±0.04 % (Black Diamond) to 0.73±0.06 % (Chernosliv Samarkandskiy). This parameter proved to be the most sensitive to the season: the coefficient of variation reached 8.2–10.1 % in all cultivars, and the maximum values were recorded without exception in 2022. In the same season the pectin content was also the highest in every cultivar, which indicates that the temperature and moisture regime of the growing period acts in the same direction on the accumulation of organic acids and of cell-wall polysaccharides [9].

From a technological point of view, the content of pectic substances is the most important indicator. The highest values were found in Chernosliv Samarkandskiy (1.09±0.03 %) and Kirgizskaya Prevoskhodnaya (0.98±0.03 %), exceeding the control (0.76±0.02 %) by 43.4 and 28.9 %, respectively, whereas the lowest value was recorded in Yutuq (0.66±0.02 %). It should be emphasised that the coefficient of variation for pectin remained within 2.9–3.6 % in all cultivars. This means that pectin accumulation depends only slightly on seasonal conditions and represents a stable cultivar-specific trait, which makes it a reliable criterion when allocating raw material to the marmalade and pastille lines [5].

The highest sugar–acid ratio was observed in Black Diamond (35.8), i.e. this cultivar has the sweetest taste profile, followed by Yutuq (32.2) and the control Ispolinskaya (32.1). The lowest values were recorded in Monfort (27.7) and Chernosliv Samarkandskiy (28.1); despite their high sugar content, these cultivars also have high acidity, which results in a balanced and characteristic flavour of the finished product.

In terms of stability, Yutuq differed markedly from the other cultivars: its coefficient of variation was 9.6 % for dry matter and 8.1 % for total soluble solids, compared with 2.2–4.7 % in the remaining cultivars. This indicates a high sensitivity of the cultivar to seasonal conditions and the need to adjust processing regimes between batches when it is used as industrial raw material [8, 10].

The results of the sensory evaluation are presented in Table 2.

Table 2.

Sensory characteristics of plum fruits and the recommended processing direction (five-point scale)

Cultivar	Appearance	Taste	Texture	Aroma	Overall score	Recommended direction
Ispolinskaya (control)	4.5	4.6	4.3	4.5	4.4	Control variant
Black Diamond	4.9	4.4	4.7	4.0	4.7	Candied fruit
Kirgizskaya Prevoskhodnaya	4.6	4.5	4.4	4.4	4.5	Marmalade, pastille
Monfort	4.8	4.8	4.8	4.6	4.6	Candied fruit, marmalade
Chernosliv Samarkandskiy	4.7	4.7	4.5	4.7	4.8	Candied fruit, marmalade, pastille
Yutuq	4.4	4.3	4.2	4.2	4.2	Pastille (purée)

Overall sensory scores ranged from 4.2 to 4.8 points. The highest values were obtained by Chernosliv Samarkandskiy (4.8 points) and Black Diamond (4.7 points). Black Diamond led in appearance (4.9 points) and texture (4.7 points) but received the lowest score for aroma (4.0 points),

which is associated with its weakly expressed aromatic profile. In contrast, all attributes of Chernosliv Samarkandskiy were balanced (4.5–4.7 points); combined with its high acidity and pectin content, this forms a characteristic taste and aroma complex.

The combined analysis of biochemical and sensory indicators leads to the following technological conclusions. In candied fruit production, high dry matter and sugar contents of the raw material shorten the duration of osmotic treatment and increase product yield [3, 4]; according to this criterion, Monfort (22.26 %; 19.12 °Bx) and Chernosliv Samarkandskiy (23.62 %; 20.54 °Bx) are the most suitable cultivars, while Black Diamond can be recommended as an additional option owing to its high sugar–acid ratio and sensory scores.

In marmalade and pastille production, the gelling capacity of the raw material is decisive, and a pectin content above 0.9 % is required [5, 6]. This requirement is fully met by Chernosliv Samarkandskiy (1.09 %) and Kirgizskaya Prevoskhodnaya (0.98 %). Moreover, the acidity of Chernosliv Samarkandskiy (0.73 %) is sufficient to ensure the sugar–acid balance, which makes it possible to reduce the amount of acid added to the marmalade formulation.

Yutuq, with its low pectin content (0.66 %), is not suitable for marmalade on its own; however, owing to the softness of its flesh and the ease of purée preparation, it can be used in pastille production in blends with cultivars rich in pectin [11].

Conclusions

1. Over five seasons (2021–2025), the dry matter content of the studied plum cultivars ranged from 18.44 to 23.62 %, total soluble solids from 16.64 to 20.54 °Bx, titratable acidity from 0.47 to 0.73 %, and pectic substances from 0.66 to 1.09 %.

2. Titratable acidity was the parameter most dependent on the season (CV 8.2–10.1 %), whereas pectin accumulation behaved as a stable cultivar-specific trait (CV 2.9–3.6 %), which allows it to be used as a reliable criterion for allocating raw material to particular product types.

3. The sugar–acid ratio varied between 27.7 and 35.8; the sweetest taste profile was formed in Black Diamond, and the most balanced profiles in Monfort and Chernosliv Samarkandskiy.

4. On the basis of the combined biochemical and sensory assessment, Monfort and Chernosliv Samarkandskiy are recommended for candied fruit production, and Chernosliv Samarkandskiy and Kirgizskaya Prevoskhodnaya for marmalade and pastille production.

5. The results obtained provide a scientific basis for the development of a complex (waste-free) processing technology in which candied fruit, marmalade and pastille are obtained from the same raw material.

References

1. Ionica M.E., Nour V., Trandafir I., Cosmulescu S., Botu M. Physical and chemical properties of some European plum cultivars (Prunus domestica L.). Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca, 2013, vol. 41, no. 2, P. 499–503. DOI: 10.15835/nbha4129354.
2. Săpoi (Gheorghe) C.P., Corbu A.R., Nour V. Pomological, nutritional and phytochemical properties of some plum (Prunus domestica L.) cultivars and local selections grown in a collection orchard located in south-western Romania. Horticulturae, 2025, vol. 11, no. 7, article 734. DOI: 10.3390/horticulturae11070734.

3. Karadbhajne S.V., Lungade P.S., Satao P., Kumar R. Effect of osmodehydration on the quality attributes of plum (Prunus domestica). Trends in Horticulture, 2023, vol. 6, no. 2, article 2945. DOI: 10.24294/th.v6i2.2945.
4. Li X., Tang W., Sun J., He Y., Chen G., Shan C., Lai F. Optimizing plum drying: influence of ripening stages on cell wall composition, water status, drying characteristics, and phenolic profiles. Food Production, Processing and Nutrition, 2025, vol. 7, no. 1, article 35. DOI: 10.1186/s43014-025-00313-4.
5. Konrade D., Gaidukovs S., Vilaplana F., Sivan P. Pectin from fruit- and berry-juice production by-products: determination of physicochemical, antioxidant and rheological properties. Foods, 2023, vol. 12, no. 8, article 1615. DOI: 10.3390/foods12081615.
6. Estaji M., Mohammadi-Moghaddam T., Gholizade-Eshan L., Firoozzare A., Hooshmand-Dalir M.-A.-R. Physicochemical characteristics, sensory attributes, and antioxidant activity of marmalade prepared from black plum peel. International Journal of Food Properties, 2020, vol. 23, no. 1, P. 1979–1992. DOI: 10.1080/10942912.2020.1835954.
7. Çatak E., Geçer M.K., Aslantaş R. Determination of agromorphological and biochemical characteristics of fruits of plum cultivars and genotypes according to different maturity stages. International Journal of Agricultural and Wildlife Sciences, 2022, vol. 8, no. 3, P. 430–439. DOI: 10.24180/ijaws.1177811.
8. Mieszczakowska-Frąc M., Dickinson N.J., Konopacka D. Effect of postharvest ripening on the phytochemical composition and antioxidant properties of fruits from ten plum (Prunus domestica L.) cultivars. Agronomy, 2025, vol. 15, no. 6, article 1351. DOI: 10.3390/agronomy15061351.
9. Cara I.G., Rusu M., Filip M., Țopa D., Jităreanu G. Exploring ecological and conventional farming practice on plum orchards: its impact on fruit quality. Horticulturae, 2025, vol. 11, no. 3, article 240. DOI: 10.3390/horticulturae11030240.
10. Drogoudi P., Pantelidis G. Phenotypic variation and peel contribution to fruit antioxidant contents in European and Japanese plums. Plants, 2022, vol. 11, no. 10, article 1338. DOI: 10.3390/plants11101338.
11. Sherma G., Shrestha K., Gautam S., Rai K. Nutritional and sensory analysis of prepared plum (Prunus domestica) fruit leather. Food Agricultural Sciences and Technology, 2024, vol. 10, no. 3, P. 1–19. DOI: 10.14456/fast.2024.16.

Статья поступила в редакцию: 24.09.2026
Статья принята к публикации: 29.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 634.25+614.31

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23463

Assessment of food safety of peach (*Prunus persica* (L.) Batsch) cultivars by fruit pH and nitrate content

Ergashev Tohirbek Furqat ugli
Researcher
Academician M. Mirzaev Research Institute of Horticulture Viticulture and Winemaking
Uzbekistan, Tashkent
E-mail: ergashevtoxirbek195@gmail.com

Оценка пищевой безопасности сортов персика (*Prunus persica* (L.) Batsch) по величине pH и содержанию нитратов в плодах

Эргашев Тохирбек Фуркат угли
научный сотрудник
Научно-исследовательский институт садоводства, виноградарства и виноделия имени академика М. Мирзаева
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Abstract

The aim of this study was to determine the active acidity (pH) and nitrate content of peach fruits of cultivars grown in the Fergana region and to assess their food safety. The experiment was carried out in 2022–2024 in the Uzbekistan district on nine cultivars (control — Elberta) in four replications, giving 108 observations. Fruit pH was measured potentiometrically and nitrate content ionometrically; the data were processed by two-way analysis of variance (cultivar × year). Flesh pH ranged from 3.69 (Lola) to 4.17 (Caldesi 2000), averaging 3.96 (LSD05 = 0.08), and nitrate content ranged from 37.8 (Elberta, Lola) to 40.7 mg/kg (Caldesi 2000), averaging 39.1 mg/kg (LSD05 = 1.3 mg/kg). The effect of cultivar was significant for both traits (F = 29.9 for pH and F = 5.68 for nitrate at F05 = 2.06), whereas the effects of year and of the cultivar × year interaction were not significant, so the cultivar differences were stable over the three years. In all cultivars the nitrate content was below the maximum permissible level (MPL = 60 mg/kg), amounting to 62.9–67.8 % of it. A very weak positive correlation was found between pH and nitrate content (r = 0.208; n =

Библиографическое описание: Эргашев Т.Ф.У. Оценка пищевой безопасности сортов персика (Prunus persica (L.) Batsch) по величине pH и содержанию нитратов в плодах // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23463

For citation: Ergashev T.F.U. Assessment of food safety of peach (Prunus persica (L.) Batsch) cultivars by fruit pH and nitrate content // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23463

108; p = 0.031). Risk assessment showed that a daily intake of 0.2 kg of fruit provides 3.4–3.7 % of the acceptable daily intake (ADI = 3.7 mg/kg body weight), with HQ < 1. Since pH was below 4.5 in all samples, pasteurization regimes may be used for processing.

Аннотация

Целью исследования являлось определение активной кислотности (pH) и содержания нитратов в плодах сортов персика, выращиваемых в условиях Ферганской области, и оценка на этой основе пищевой безопасности продукции. Опыт проводился в 2022–2024 гг. в Узбекистанском районе на девяти сортах, включая контрольный сорт Эльберта, в четырёхкратной повторности; проанализировано 108 наблюдений. Величину pH определяли потенциометрически, содержание нитратов — ионометрически; данные обработаны методом двухфакторного дисперсионного анализа (сорт × год). Величина pH мякоти в разрезе сортов изменялась от 3,69 (Лола) до 4,17 (Кальдези 2000), составив в среднем 3,96 (НСР05 = 0,08), содержание нитратов — от 37,8 (Эльберта, Лола) до 40,7 мг/кг (Кальдези 2000), в среднем 39,1 мг/кг (НСР05 = 1,3 мг/кг). Дисперсионный анализ показал достоверное влияние фактора «сорт» по обоим показателям (F = 29,9 для pH и F = 5,68 для нитратов при F05 = 2,06), тогда как влияние фактора «год» и взаимодействия факторов оказалось недостоверным, то есть сортовые различия были устойчивы в течение трёх лет. У всех сортов содержание нитратов было ниже предельно допустимой концентрации (ПДК = 60 мг/кг) и составляло 62,9–67,8 % от неё. Между pH и содержанием нитратов выявлена очень слабая положительная связь (r = 0,208; n = 108; p = 0,031). Оценка риска показала, что при суточном потреблении 0,2 кг плодов поступление нитратов составляет лишь 3,4–3,7 % допустимой суточной дозы (ADI = 3,7 мг/кг массы тела) при HQ < 1. Поскольку во всех образцах pH был ниже 4,5, при переработке плодов применимы режимы пастеризации.

Keywords: peach, active acidity, pH, nitrate, food safety, maximum permissible level, analysis of variance, cultivar, Fergana region.

Ключевые слова: персик, активная кислотность, pH, нитраты, пищевая безопасность, ПДК, дисперсионный анализ, сорт, Ферганская область.

Introduction

Peach (*Prunus persica* (L.) Batsch) is a stone fruit crop widely grown in Uzbekistan, in particular in the Fergana Valley, and a considerable share of the produce is directed to the domestic market and to export [8]. In recent years the requirements imposed on fruit have no longer been limited to taste and marketable quality: they are also defined by the ecological cleanliness and food safety of the produce, since a consignment that fails to meet the established limits is withdrawn from trade on export markets [3].

Nitrates (NO_3^-) are a natural intermediate product of nitrogen metabolism in plants. In the human body they can be converted into nitrites and further into nitrosamines, while nitrites convert haemoglobin into methaemoglobin and impair oxygen transport [5]. For this reason the European Food Safety Authority (EFSA) has set an acceptable daily intake (ADI) for nitrate of 3.7 mg/kg body weight per day [1], whereas the sanitary standards in force establish a maximum permissible

level (MPL) of 60 mg/kg for stone fruits. According to a worldwide meta-analysis, the mean nitrate content of fruits is 44.02 mg/kg, about ten times lower than that of vegetables (438.31 mg/kg) [2]; nevertheless, this indicator varies considerably depending on the cultivar and on the rate of nitrogen fertilization [4; 10].

The active acidity (pH) of the fruit is the second indicator linking quality and safety. Besides determining the sugar–acid balance of the taste, it also governs microbiological stability: at a pH below 4.6 *Clostridium botulinum* does not grow, so such products are classified as «high-acid» foods and pasteurization is applied instead of sterilization during canning [9]. In peach, acidity is determined mainly by malic and citric acids [7]. In the literature the pH of peach has been studied extensively from the standpoint of taste quality [6], whereas nitrate has been examined mainly in vegetables; studies evaluating both indicators together for locally grown cultivars are almost absent. This defines the novelty of the present work: using nine peach cultivars grown in the Fergana region as an example, the variability of pH and nitrate content was assessed by analysis of variance with respect to the cultivar and the year factors, the relationship between the two indicators was established, and the results were interpreted quantitatively by means of the internationally accepted risk assessment algorithm.

The aim of the study was to determine the pH and the nitrate content of the fruits of peach cultivars grown under the conditions of the Fergana region, to assess the relationship between these indicators and to substantiate the compliance of the produce with food safety requirements.

Materials and Methods

The study was carried out in 2022–2024 in a peach orchard in the Uzbekistan district of the Fergana region. The objects of study were nine peach cultivars: Champion, Elberta (control), Extreme 514, Vostok, Lola, Super lola, Oq luchchak, Big Top and Caldesi 2000. All cultivars were grown on trees of the same age and under the same agronomic background, with identical irrigation and fertilization regimes, which made it possible to isolate the effect of the cultivar factor. The experiment was laid out in four replications; over the three years a total of 108 observations (9 cultivars × 3 years × 4 replications) were obtained for each indicator.

Fruits of each cultivar were sampled at the stage of consumer ripeness. In each replication, fruits were picked from five typical trees, from four sides of the canopy, and an average sample of 3 kg was formed. The analyses were performed on the day of sampling, in a homogenate of the fruit flesh (without the stone).

The active acidity of the flesh was measured potentiometrically with a digital pH meter fitted with a glass electrode at 20 ± 1 °C; before each series of measurements the instrument was calibrated against buffer solutions of pH 4.01 and pH 6.86. The content of nitrate ions (NO_3^-) was determined ionometrically with an ion-selective (nitrate) electrode: a 10 g portion of the homogenate was extracted with a 1 % solution of potassium aluminium sulphate, and the result was calculated from a calibration curve and expressed in mg/kg of fresh fruit weight.

The results were processed by two-way analysis of variance (factor A — cultivar, factor B — year) following the method of Dospekhov [11]. The error variance was calculated at 78 degrees of freedom; for each cultivar the mean and its standard error (M ± m), the least significant difference

at the 5 % level (LSD05) and the accuracy of the experiment (Sx, %) were obtained, while the variability among cultivars was assessed by the coefficient of variation (V, %). The relationship between pH and nitrate content was evaluated by the Pearson correlation coefficient (r).

The estimated daily intake of nitrate was calculated as EDI = (C × IR) / BW, where C is the nitrate concentration, mg/kg; IR is the daily consumption, kg; and BW is the body weight, kg. The value obtained was compared with the ADI of 3.7 mg/kg body weight per day established by EFSA, and the hazard quotient was calculated as HQ = EDI / ADI [1; 2].

Results and Discussion

Active acidity (pH) of the fruit. Averaged over the three years, the pH of the fruit flesh varied among cultivars from 3.69 to 4.17, with a mean value of 3.96 (Table 1). The analysis of variance showed a highly significant effect of the cultivar factor (F = 29.9 > F05 = 2.06), whereas the effects of the year factor (F = 0.82) and of the interaction of the factors (F = 0.61) were not significant. Thus, the pH of peach fruit is determined mainly by cultivar characteristics and depends little on the conditions of the year, which confirms that this trait can serve as a reliable criterion for breeding and for processing. The accuracy of the experiment was Sx = 1.3 %, indicating a high reliability of the results.

Table 1.

Active acidity (pH) of the fruits of peach cultivars, 2022–2024

No.	Cultivar	pH, M ± m	Deviation from the control, ±	Acidity group
1	Champion	4.03 ± 0.02	0.00	medium
2	Elberta (control)	4.03 ± 0.04	—	medium
3	Extreme 514	3.78 ± 0.03	–0.26	acidic
4	Vostok	3.83 ± 0.03	–0.20	acidic
5	Lola	3.69 ± 0.04	–0.34	acidic
6	Super lola	4.08 ± 0.02	+0.05	low-acid
7	Oq luchchak	3.94 ± 0.03	–0.10	medium
8	Big Top	4.11 ± 0.03	+0.07	low-acid
9	Caldesi 2000	4.17 ± 0.01	+0.14	low-acid
	Mean	3.96	—	—
	V, %	4.1	—	—
	Sx, %	1.3	—	—
	LSD05	0.08	—	—

A statistically significant decrease relative to the control, that is, a difference exceeding LSD05 = 0.08, was recorded in Lola (–0.34), Extreme 514 (–0.26), Vostok (–0.20) and Oq luchchak (–0.10); a low pH indicates a high content of organic acids, primarily malic acid, in the fruit flesh [7]. In Caldesi 2000, by contrast, the pH was significantly higher than in the control (+0.14). In Champion (0.00), Super lola (+0.05) and Big Top (+0.07) the differences were within LSD05 and therefore not significant.

The range obtained is consistent with international data: in cultivars studied in the Mediterranean basin the pH of peach ranged from 3.50 to 4.40, and in white-fleshed cultivars it was usually below 4.0 [6]; in our experiment the white-fleshed cultivars Oq luchchak (3.94) and Lola (3.69) likewise had a pH below 4.0. The basis of the differences among cultivars has been explained at the molecular level: in low-acid cultivars the expression of the ALMT9 gene, which transports malate into the vacuole, is reduced, and the degradation of citric acid is accelerated [7].

Nitrate content of the fruit. The content of nitrate ions varied among cultivars from 37.8 to 40.7 mg/kg, with a mean value of 39.1 mg/kg (Table 2). As in the case of pH, the effect of the cultivar factor was significant for this indicator (F = 5.68 > F05 = 2.06), whereas the effects of the year factor (F = 0.11) and of the interaction of the factors (F = 0.99) were not significant. The mean nitrate content by year varied only from 39.1 mg/kg (2022) to 39.2 mg/kg (2023), that is, it remained practically unchanged over the three years. The accuracy of the experiment was Sx = 2.0 %.

Table 2.

Nitrate content of the fruits of peach cultivars, 2022–2024

No.	Cultivar	Nitrate, mg/kg, M ± m	Deviation from the control, ±	Share of MPL, %	Status
1	Champion	38.5 ± 0.6	+0.7	64.2	within the limit
2	Elberta (control)	37.8 ± 0.4	—	63.1	within the limit
3	Extreme 514	38.4 ± 0.4	+0.6	64.0	within the limit
4	Vostok	39.8 ± 0.5	+2.0	66.4	within the limit
5	Lola	37.8 ± 0.5	–0.1	62.9	within the limit
6	Super lola	39.2 ± 0.3	+1.3	65.3	within the limit
7	Oq luchchak	40.3 ± 0.3	+2.5	67.2	within the limit
8	Big Top	39.8 ± 0.4	+2.0	66.4	within the limit
9	Caldesi 2000	40.7 ± 0.4	+2.8	67.8	within the limit
	Mean	39.1	—	65.2	—
	V, %	2.8	—	—	—
	Sx, %	2.0	—	—	—
	LSD05	1.3	—	—	—

Note: MPL is the maximum permissible level of nitrate for stone fruits, 60 mg/kg.

The lowest nitrate content was recorded in the control cultivar Elberta and in Lola (37.8 mg/kg). Values significantly higher than the control, that is, exceeding LSD05 = 1.3 mg/kg, were found in Caldesi 2000 (+2.8), Oq luchchak (+2.5), Vostok and Big Top (+2.0) and Super lola (+1.3), whereas the differences in Champion (+0.7) and Extreme 514 (+0.6) were not significant. In all cultivars the nitrate content was below the MPL; the results, however, require an objective interpretation: the mean values amounted to between 62.9 % and 67.8 % of the MPL, and the highest value in an individual sample reached 43 mg/kg, or 71.7 % of the MPL. The safety margin is therefore 1.5–1.6-fold, and if the rate of nitrogen fertilization were increased or the irrigation regime disturbed, the nitrate content in Caldesi 2000, Oq luchchak and Big Top could approach the MPL; monitoring of individual consignments of these cultivars destined for export should therefore be intensified [10].

A comparison with world data gives a favourable picture: the mean nitrate content of fruits worldwide is 44.02 mg/kg [2], whereas in our experiment the mean value was 39.1 mg/kg, that is, 11.1 % lower than the world average. This shows that peach fruits grown under the conditions of the Fergana region comply with international requirements with respect to nitrate accumulation and that nitrogen fertilizers are applied at reasonable rates in local orchards.

Relationship between pH and nitrate content

A comparison of the data of the two tables revealed an interesting tendency: cultivars with a higher pH, that is, low-acid cultivars, also had a higher nitrate content. Correlation analysis of all 108 observations confirmed this tendency ($r = 0.208$; $p = 0.031$); the relationship, however, is very weak: the coefficient of determination was $R^2 = 0.04$, which means that only 4 % of the variability in nitrate content is associated with pH. At the level of cultivar means the correlation was stronger ($r = 0.481$), but owing to the small number of observations ($n = 9$) it did not reach the threshold of statistical significance ($p = 0.19$). Accordingly, the relationship observed should be regarded not as a regularity of practical importance but as a tendency that requires verification on a larger number of cultivars.

A possible reason for this tendency is a well-known physiological mechanism: the reduction of nitrate with the participation of nitrate reductase is accompanied by the formation of hydroxyl ions (OH^-), and this alkalinity is neutralized through the synthesis of malic acid (the «biochemical pH-stat»). It may therefore be assumed that in low-pH cultivars, in which acid metabolism is more active, nitrate assimilation proceeds more intensively and less residual nitrate accumulates in the fruit. Direct measurement of nitrate reductase activity is required to confirm this explanation. From a practical point of view the tendency observed is important: at a time when the creation of low-acid, sweet-tasting cultivars is becoming a priority direction in breeding [8], it is advisable to evaluate food safety indicators as well when such cultivars are tested.

Risk assessment for nitrate

Compliance with the MPL is a necessary but not a sufficient condition. The calculations showed that when an adult consumer (BW = 60 kg) eats 0.2 kg of peaches per day, the daily intake of nitrate amounts to 0.126–0.136 mg/kg body weight, which is only 3.4–3.7 % of the acceptable daily intake established by EFSA [1]. Even when the daily consumption rises to 0.3 kg and the cultivar with the highest nitrate content is consumed, this share does not exceed 5.5 %. For children, in the least favourable case (BW = 27 kg, IR = 0.1 kg), the value amounted to 4.1 % of the ADI. In all cases the hazard quotient was HQ = 0.034–0.055, that is, 18–29 times below unity, which means that consumption of the fruits of the cultivars studied poses no risk to health with respect to nitrate. This is consistent with the literature: the main part of the dietary nitrate intake comes not from fruits but from vegetables [2; 4].

Technological significance of the result

In all 108 samples the pH was below the microbiological safety threshold of 4.6 and below the value of 4.5 used in processing practice (the highest individual value was 4.25). This makes it possible to classify peach fruits as high-acid foods and to apply pasteurization regimes at 90–100 °C

during canning instead of high-temperature sterilization [9], which reduces energy consumption and better preserves product quality. Caldesi 2000 is the closest to the threshold (mean 4.17), and it is therefore recommended that the pH be monitored in consignments prepared from this cultivar and, where necessary, adjusted with citric acid. On the whole, when the two indicators are analysed together the cultivars may be divided into two groups: cultivars with a low pH and a low nitrate content (Lola, Extreme 514, Elberta) are the most suitable for processing and export, whereas cultivars with a higher pH and a relatively higher nitrate content (Caldesi 2000, Big Top, Super lola, Oq luchchak) are preferable for fresh consumption but require stricter monitoring.

Conclusion

1. In the nine peach cultivars grown in the Uzbekistan district of the Fergana region, the active acidity of the fruit flesh ranged from 3.69 (Lola) to 4.17 (Caldesi 2000), averaging 3.96 (LSD05 = 0.08; Sx = 1.3 %). A significantly lower pH than in the control was recorded in Lola, Extreme 514, Vostok and Oq luchchak.

2. The nitrate content ranged from 37.8 (Elberta, Lola) to 40.7 mg/kg (Caldesi 2000), averaging 39.1 mg/kg (LSD05 = 1.3 mg/kg; Sx = 2.0 %), and in all cultivars it was below the MPL of 60 mg/kg, amounting to 62.9–67.8 % of it. The mean value is 11.1 % lower than the figure reported for fruits worldwide (44.02 mg/kg).

3. The analysis of variance showed a significant effect of the cultivar factor for both indicators ($F = 29.9$ for pH and $F = 5.68$ for nitrate), whereas the effects of the year factor and of the interaction of the factors were not significant. The cultivar-specific differences were therefore stable over the three years and can be regarded as reliable cultivar traits.

4. A very weak positive correlation was observed between pH and nitrate content ($r = 0.208$; $n = 108$; $p = 0.031$; $R^2 = 0.04$): low-acid cultivars tend to accumulate more nitrate, but this relationship is only a tendency and requires verification on a larger number of cultivars.

5. According to the risk assessment, the daily intake of nitrate amounted to 3.4–3.7 % of the ADI for adult consumers and to 4.1 % for children ($HQ < 1$). Since the pH was below 4.5 in all samples, pasteurization regimes may be applied when the fruits are processed. Lola, Extreme 514 and Elberta are recommended for processing and export, while monitoring of pH and nitrate in individual consignments is necessary for Caldesi 2000.

References

1. EFSA ANS Panel. Re-evaluation of sodium nitrate (E 251) and potassium nitrate (E 252) as food additives. EFSA Journal, 2017, vol. 15, article 4787 // EFSA Journal. – 2017. – Vol. 15, No. 6. – Art. 4787. – DOI: 10.2903/j.efsa.2017.4787.
2. Hosseini M.-J., Dezhangah S., Esmi F., Gharavi-nakhjavani M.S., Hashempour-baltork F., Mirza Alizadeh A. A worldwide systematic review, meta-analysis and meta-regression of nitrate and nitrite in vegetables and fruits. Ecotoxicology and Environmental Safety, 2023, vol. 257, article 114934. DOI: 10.1016/j.ecoenv.2023.114934.
3. Commission Regulation (EU) 2023/915 of 25 April 2023 on maximum levels for certain contaminants in food and repealing Regulation (EC) No 1881/2006. Official Journal of the European Union, 2023, L 119, P. 103–157.

4. Dodocioiu A.M., Buzatu G.-D., Botu M. Nitrates and nitrites in vegetables and the health risk. Foods, 2025, vol. 14, no. 17, article 3037. DOI: 10.3390/foods14173037.
5. Karwowska M., Kononiuk A. Nitrates/nitrites in food – risk for nitrosative stress and benefits. Antioxidants, 2020, vol. 9, no. 3, article 241. DOI: 10.3390/antiox9030241.
6. Petruccelli R., Bonetti A., Ciaccheri L., Ieri F., Ganino T., Faraloni C. Evaluation of the fruit quality and phytochemical compounds in peach and nectarine cultivars. Plants, 2023, vol. 12, no. 8, article 1618. DOI: 10.3390/plants12081618.
7. Zheng B., Zhao L., Jiang X. et al. Assessment of organic acid accumulation and its related genes in peach. Food Chemistry, 2021, vol. 334, article 127567. DOI: 10.1016/j.foodchem. 2020.127567.
8. Manganaris G.A., Minas I., Cirilli M., Torres R., Bassi D., Costa G. Peach for the future: a specialty crop revisited. Scientia Horticulturae, 2022, vol. 305, article 111390. DOI: 10.1016/ j.scienta.2022.111390.
9. Singh H., Ramaswamy H.S. Thermal processing of acidified vegetables: effect on process time-temperature, color and texture. Processes, 2023, vol. 11, no. 4, article 1272. DOI: 10.3390/ pr11041272.
10. Cui M., Zeng L., Qin W., Feng J. Measures for reducing nitrate leaching in orchards: a review. Environmental Pollution, 2020, vol. 263, article 114553. DOI: 10.1016/j.envpol.2020.114553.
11. Dospekhov B.A. [Methods of Field Experiment]. 5th ed. Moscow, Agropromizdat, 1985. 351 P. (In Russ.)

Статья поступила в редакцию: 22.09.2026
Статья принята к публикации: 27.09.2026
Статья опубликована: 07.10.2026

УДК 581.6+633.88+576.5

DOI: 10.32743/UniChem.2026.148.10.23476

Rare mountain plants of Central Asia: biological characteristics, phytochemical profile and biotechnological prospects

Xaydarova Nilufar
Junior scientific Researcher
Institute of Botany Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Republic of Uzbekistan, Tashkent
E-mail: nilufarxaydarova1996@gmail.com

Jamalova Dilafruz
Junior scientific Researcher
Institute of Botany Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Republic of Uzbekistan, Tashkent
E-mail: dilafruz.bel.91@mail.ru

Kodirov Ulugbek
Senior scientific Researcher
Institute of Botany Academy of Sciences of the Republic of Uzbekistan
Republic of Uzbekistan, Tashkent

Редкие горные растения Центральной Азии: биологические характеристики, фитохимический профиль и биотехнологические перспективы

Хайдарова Нилуфар Нодиржон кизи
мл. науч. сотр Институт ботаники Академия наук Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Жамалова Дилафруз
мл. науч. сотр
Институт ботаники
Академия наук Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Кодиров Улугбек
ст. науч. сотр Институт ботаники Академия наук Республики Узбекистан
Республика Узбекистан, г. Ташкент

Библиографическое описание: Хайдарова Н.Н. кизи, Жамалова Д., Кодиров У. Редкие горные растения Центральной Азии: биологические характеристики, фитохимический профиль и биотехнологические перспективы // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн. 2026. 10(148). URL: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23476

For citation: Xaydarova N., Jamalova D., Kodirov U. Rare mountain plants of Central Asia: biological characteristics, phytochemical profile and biotechnological prospects // Universum: Chemistry and Biology : electronic scientific journal. 2026. No. 10(148). Available at: https://7universum.com/ru/nature/archive/item/23476

Abstract

The mountain ecosystems of Central Asia are characterized by high ecological diversity, strong topographic gradients, and a high proportion of geographically restricted plant taxa. Such conditions have led to the formation of local endemics and species with narrow ranges, many of which may be vulnerable to habitat disturbance. In this review, the available information on three rare mountain plants—*Dionysia hissarica* Lipsky (Primulaceae), *Dracocephalum formosum* Gontsch. (Lamiaceae), and *Rhodiola heterodonta* (Hook.f. & Thomson) Boriss. (Crassulaceae)—was summarized within a unified framework. The systematic status, distribution, ecology, conservation significance, level of study, phytochemical composition, biological activity, and in vitro studies of the species were analyzed. *D. hissarica* is a rare endemic species with a narrow range associated with the Hissar Mountains; species-specific phytochemical data are limited, although its essential oil has been characterized using GC-MS. Although floristic and taxonomic information is available for *D. formosum*, species-specific phytochemical and tissue culture studies remain insufficient. *R. heterodonta*, in contrast, has been relatively extensively studied with respect to phenylethanoid glycosides, including heterodontoside and salidroside, as well as antioxidant, antihypoxic, antihyperglycemic, and other biological effects. The possibility of obtaining bioactive metabolites using callus, cell suspension, and organ cultures has also been demonstrated in other representatives of the genus Rhodiola. The results of the analysis indicate a significant gap between conservation needs and biotechnological knowledge, particularly for *D. hissarica* and *D. formosum*.

Аннотация

Горные экосистемы Центральной Азии характеризуются высоким экологическим разнообразием, выраженными топографическими градиентами и высокой долей географически ограниченных таксонов растений. Такие условия способствовали формированию локальных эндемиков и видов с узкими ареалами, многие из которых могут быть уязвимыми к нарушению местообитаний. В настоящем обзоре в единой системе обобщены имеющиеся сведения о трех редких горных растениях — *Dionysia hissarica* Lipsky (Primulaceae), *Dracocephalum formosum* Gontsch. (Lamiaceae) и *Rhodiola heterodonta* (Hook.f. & Thomson) Boriss. (Crassulaceae). Проанализированы систематическое положение, распространение, экология, природоохранное значение, степень изученности, фитохимический состав, биологическая активность и исследования in vitro этих видов. *D. hissarica* является редким эндемичным видом с узким ареалом, связанным с Гиссарскими горами; видоспецифические фитохимические данные ограничены, однако его эфирное масло охарактеризовано с помощью GC-MS. Несмотря на наличие флористических и таксономических данных по *D. formosum*, видоспецифические фитохимические исследования и исследования культуры тканей остаются недостаточными. R. heterodonta, напротив, относительно широко изучена в отношении фенилэтаноидных гликозидов, включая гетеродонтозид и салидрозид, а также антиоксидантного, антигипоксического, антигипергликемического и других видов биологического действия. Для других представителей рода Rhodiola также показана возможность получения биологически активных метаболитов с использованием каллусных, клеточных суспензионных и органных культур. Результаты анализа свидетельствуют о значительном разрыве между потребностями в охране и биотехнологическими знаниями, особенно для *D. hissarica* и *D. formosum*.

Keywords: Dionysia hissarica, Dracocephalum formosum, Rhodiola heterodonta, rare plants, Central Asia, conservation, phytochemistry, secondary metabolites, biological activity, in vitro culture.

Ключевые слова: Dionysia hissarica, Dracocephalum formosum, Rhodiola heterodonta, редкие растения, Центральная Азия, охрана природы, фитохимия, вторичные метаболиты, биологическая активность, культура in vitro.

Introduction

The mountain flora of Central Asia is distinguished by high ecological diversity, complex terrain, and the presence of plant taxa with narrow ranges. The geographical isolation of mountain systems has led to the formation of numerous local endemic and rare species. Because such species may occur as small or fragmented populations, they can be vulnerable to habitat disturbance, erosion, changes in hydrological regimes, tourism, and other anthropogenic factors. Therefore, their conservation requires not only the preservation of natural populations but also the use of ex situ collections, controlled propagation, and, where possible, in vitro culture (Science, 2026) (Abdullaeva NS, 2019). *Dionysia hissarica* Lipsky, *Dracocephalum formosum* Gontsch., and *Rhodiola heterodonta* (Hook.f. & Thomson) Boriss., considered in this review, belong to three different families and differ ecologically and phytochemically. *D. hissarica* is a narrow-range species of the family Primulaceae adapted to rocky biotopes and is recorded in available sources as a rare endemic (Science, 2026) (Book, 2019). *D. formosum* belongs to the family Lamiaceae and is a mountain plant studied within the flora and phytogeography of Uzbekistan (Kew, 2026) (Abdullaeva NS, 2019). *R. heterodonta* belongs to the family Crassulaceae and has a considerably larger body of experimental data on its phytochemistry and biological activity (Zaripova MR, 2024) (Miao Hu, 2024) (Yunuskhodjaev AN, 2014). The phytochemical significance of all three species is relevant from the perspective of conservation biotechnology. A diversity of phenylethanoid glycosides, phenylpropanoids, flavonoids, and other secondary metabolites has been identified in the genus Rhodiola (Yousef GG, 2006) (Jiahui Li, 2026) (Ang LH, 2015). In vitro studies conducted on various representatives of the genus show that the production of salidroside and related metabolites can be regulated through callus, cell suspension, and organ cultures (Grech-Baran M, 2015) (Heliyon., 2026) (Wu S, 2003). The aim of the review is to systematize information on three rare mountain species in terms of systematics, distribution and ecology, conservation significance, phytochemistry, biological activity, and in vitro biotechnology, and to distinguish insufficiently studied areas from the available scientific evidence.

Materials and methods

This work was prepared in the form of a literature review. Data were collected from taxonomic databases, conservation sources, and peer-reviewed scientific publications concerning the three target species. Where species-specific evidence was unavailable, studies on the relevant genera or closely related taxa were considered as methodological and comparative sources. Taxonomic and distribution data were verified using Plants of the World Online and regional botanical literature (Science, 2026) (Kew, 2026). Conservation-related information was based on

the Red Data Book of Uzbekistan and relevant scientific sources (Book, 2019). In the phytochemical and biological sections, priority was given to original studies describing identified compounds, analytical methods used, or experimentally measured biological effects. In the biotechnological section, studies describing callus induction, shoot regeneration, rooting, cell suspension, and other controlled culture systems were analyzed. Because direct in vitro evidence for *D. hissarica* and *D. formosum* is limited, studies on other species of the genus Rhodiola were interpreted as methodological sources rather than direct evidence for these two species (Grech-Baran M, 2015) (Heliyon., 2026) (Wu S, 2003).

Results and discussion

The three species included in the study belong to three different families. *D. hissarica* belongs to the family Primulaceae, *D. formosum* to the family Lamiaceae, and *R. heterodonta* to the family Crassulaceae. Their common feature is their association with specialized mountain or rocky habitats and the need for conservation and propagation under scientific control. However, the level of scientific study differs markedly: *D. hissarica* and *D. formosum* have been studied mainly from floristic and taxonomic perspectives, whereas *R. heterodonta* has been more extensively studied in terms of phytochemistry and biological activity (Science, 2026) (Kew, 2026) (Zaripova MR, 2024).

Dionysia hissarica Lipsky is a species of the genus Dionysia in the family Primulaceae and is recorded as an accepted name in current taxonomic data (Science, 2026). The species is described as a small, cushion-forming plant associated with rocky habitats. In the conservation literature of Uzbekistan, it is recorded as a rare endemic growing on rocky substrates, including sandstone crevices and moist microhabitats near waterfalls. The distribution of the species is associated with the Hissar mountain system of Uzbekistan, and available data indicate the middle course of the Sangardak River in Surkhandarya Region and adjacent rocky biotopes (Book, 2019). The availability of moisture and dependence on specialized microhabitats indicate ecological specialization of the species. Such conditions may increase the vulnerability of small populations to changes in habitat. The main body of scientific literature on *D. hissarica* concerns distribution, habitat, and conservation issues. In 2018, the chemical composition of essential oil obtained from the aerial parts of the species was studied using GC-MS (Mamadalieva NZ, 2018). Apart from this study, direct information on the species' non-volatile secondary metabolites, biological activity, and tissue culture is limited. Therefore, *D. hissarica* is considered an important promising object for ex situ conservation and species-specific phytochemical studies.

Dracocephalum formosum Gontsch. belongs to the family Lamiaceae and is indicated as an accepted species of the genus Dracocephalum in current taxonomic resources (Kew, 2026). Floristic studies conducted in Uzbekistan provide information on the distribution and phytogeographic characteristics of the species (Abdullaeva NS, 2019). The species is regarded as a perennial herb adapted to mountain environments. *D. formosum* is associated with the mountainous regions of Central Asia, and regional data record its occurrence in the Hissar and adjacent mountain systems. Detailed experimental data concerning soil chemistry, water availability, light regime, and microclimate of the species are insufficient. These factors may affect not only population persistence but also the accumulation of secondary metabolites. Existing studies on *D. formosum* have mainly focused on floristics, taxonomy, phytogeography, and conservation (Book, 2019) (Abdullaeva NS, 2019). Although various phenolic acids, flavonoids, phenylpropanoids, lignans,

terpenoids, and volatile compounds have been identified in other representatives of the genus Dracocephalum, these data cannot be accepted as direct evidence for *D. formosum*. Species-specific studies of the metabolite profile, biological activity, and in vitro propagation of the species remain an important scientific gap.

Rhodiola heterodonta (Hook.f. & Thomson) Boriss. is a perennial mountain plant of the family Crassulaceae belonging to the medicinally important genus Rhodiola. In historical taxonomic literature, it may also occur under the name Sedum heterodontum. *R. heterodonta* has a broader experimental base in phytochemistry and biological activity compared with *D. hissarica* and *D. formosum* (Zaripova MR, 2024) (Miao Hu, 2024) (Yunuskhodjaev AN, 2014). The species is associated with Central Asia and adjacent mountainous regions. Studies based on material collected in Uzbekistan have investigated populations in the Angren and Burchmulla areas, located at approximately 1200–1800 m above sea level (Zaripova MR, 2024). The species' association with mountain environments and medicinal properties makes sustainable collection and propagation important issues.

The most clearly documented chemical study of *D. hissarica* is devoted to its essential oil. Mamadalieva and co-authors analyzed the essential oil obtained from the aerial parts using GC-MS and identified a complex profile of volatile compounds (Mamadalieva NZ, 2018). This result indicates that the species has a characteristic volatile chemical composition, but it does not define the complete spectrum of secondary metabolites. Data on non-volatile metabolites are insufficient. In the future, it would be appropriate to analyze extracts of different polarities using HPLC-DAD and LC-MS/MS, as well as to determine total phenolics and flavonoids. The species-specific phytochemical profile of *D. formosum* has not yet been sufficiently developed. Phenolic acids, flavonoids, phenylpropanoids, lignans, terpenoids, and volatile compounds have been identified in the genus Dracocephalum, but genus-level data do not directly confirm the composition of *D. formosum*. Therefore, a comprehensive metabolomic study based on sequential extraction, GC-MS, and HPLC/LC-MS/MS is necessary for this species. *R. heterodonta* has the most phytochemical evidence among the three species. Grace and co-authors identified heterodontoside, tyrosol methyl ether, salidroside, viridoside, mongroside, tyrosol, and other related compounds, as well as proanthocyanidins, in an 80 % ethanol extract (Grace MH, 2009). Comparative analysis of three Rhodiola species confirmed the presence of characteristic phenylethanoid and related glycosides in *R. heterodonta* CITATION Gra09 \l 1033 (Grace MH, 2009). A 2024 study of material obtained from Uzbekistan identified flavonoids, saponins, phenolic compounds, tannins, terpenoids, and reducing sugars (Zaripova MR, 2024). A 2026 systematic review summarized that more than 500 chemical compounds have been reported in the genus Rhodiola (Jiahui Li, 2026). Direct experimental evidence concerning the biological activity of *D. hissarica* is currently limited. The main available chemical study focused on characterization of the essential oil and did not include comprehensive pharmacological evaluation (Mamadalieva NZ, 2018). Therefore, activities reported for other Dionysia species cannot be automatically transferred to this species. Antibacterial, antioxidant, anti-inflammatory, and other tests should be conducted using authenticated extracts. Species-specific biological activity data for *D. formosum* are also limited. Although numerous biological effects, such as antioxidant and antimicrobial properties, have been studied in Dracocephalum representatives, genus-level evidence does not constitute direct evidence for *D. formosum*. In the future, it would be appropriate to combine the chemical profile with standardized

antioxidant, antimicrobial, and enzyme inhibition tests. The biological activity of *R. heterodonta* has been documented in relatively greater detail. Grace and co-authors reported adaptogenic and antihypoxic effects associated with an 80 % ethanol extract (Grace MH, 2009). The choleretic effects of root and rhizome extracts have also been studied (Kurmukov AG, 2011), while another study evaluated adaptogenic properties and chronic toxicity (Yunuskhodjaev AN, 2014). A 2024 study identified antioxidant activity in several in vitro free-radical-scavenging systems, as well as effects related to glucose binding, glucose transport, and inhibition of α-amylase and α-glucosidase (Zaripova MR, 2024). In a separate network pharmacology study, components were identified using LC-MS/MS, and mechanisms associated with PI3K/AKT and Nrf2-Gpx4 were proposed for the antihyperglycemic effect; such mechanistic predictions require additional experimental validation (Miao Hu, 2024).

The literature shows a significant difference in research intensity among the three species. Although *D. hissarica* is documented in terms of distribution, habitat, and conservation significance, species-specific phytochemistry, biological activity, and biotechnological studies are scarce. Floristic and taxonomic data are available for *D. formosum*, but direct experimental evidence concerning its metabolite profile, biological activity, and tissue culture is insufficient. *R. heterodonta*, in contrast, has substantially more direct evidence concerning phytochemistry and biological activity, as well as an established and advanced methodological biotechnology base within the genus Rhodiola (Zaripova MR, 2024) (Ang LH, 2015). In future studies, especially for narrow-range mountain species, taxonomic authentication and documentation of voucher specimens are important. Seed biology, establishment of aseptic culture, sterilization, and germination protocols should be optimized separately. Combinations of plant growth regulators should be tested separately for each species rather than being transferred unchanged from closely related taxa. For *D. hissarica*, supplementation of the essential oil profile with non-volatile metabolites; for *D. formosum*, development of a broad metabolomic profile based on LC-MS/MS and GC-MS; and for *R. heterodonta*, linking marker compounds such as salidroside and heterodontoside with culture conditions are important directions (Mamadalieva NZ, 2018) (Grace MH, 2009) (Jiahui Li, 2026). Conservation and biotechnology can be integrated into a single workflow: collection of authenticated material and preparation of a voucher → assessment of seed viability and sterilization → aseptic germination → shoot multiplication → rooting → acclimatization → establishment of an ex situ collection → callus or suspension culture when necessary → determination of the target metabolite profile → assessment of biological activity. Such an approach may reduce destructive sampling from natural populations and create reproducible material for subsequent biochemical and pharmacological studies.

Conclusion

Dionysia hissarica, *Dracocephalum formosum*, and *Rhodiola heterodonta* are three ecologically distinct but important representatives of the mountain flora of Central Asia from the perspectives of conservation and scientific research. Despite their restricted ranges and conservation significance, *D. hissarica* and *D. formosum* remain insufficiently studied in terms of phytochemistry, biological activity, and in vitro propagation. *R. heterodonta*, in contrast, has a broader experimental basis owing to phenylethanoid glycosides, documented antioxidant and antihypoxic effects, and the developed biotechnological base of the genus Rhodiola (Zaripova MR,

2024) (Ang LH, 2015). For all three species, the development of species-specific in vitro protocols is important for ex situ conservation and obtaining plant material under scientific control. For *D. hissarica* and *D. formosum*, the priority should be to establish reproducible aseptic regeneration systems and initial metabolite profiles, whereas for *R. heterodonta* it is appropriate to optimize regeneration and metabolite production based on existing phytochemical markers. An approach integrating conservation, phytochemistry, and biotechnology provides a practical scientific platform for further research on these rare mountain plants.

References

1. Abdullaeva N.S., Khodzhimatov O.K., Azimova D.E. The Genus Dracocephalum L. in the Phytogeographical Regions of Uzbekistan // American Journal of Plant Sciences. – 2019. – Vol. 10, No. 9. – P. 1527–1535. – DOI: 10.4236/ajps.2019.109108.
2. Chiang H.-M., Chen H.-C., Wu C.-S., Wu P.-Y., Wen K.-C. Rhodiola plants: Chemistry and biological activity // Journal of Food and Drug Analysis. – 2015. – Vol. 23, No. 3. – P. 359–369. – DOI: 10.1016/j.jfda.2015.04.007.
3. Red Data Book of the Republic of Uzbekistan. Rare and endangered plants. – Tashkent: Chinor ENK, 2019. – 356 P.
4. Grace M.H., Yousef G.G., Kurmukov A.G., Raskin I., Lila M.A. Phytochemical Characterization of an Adaptogenic Preparation from Rhodiola heterodonta // Natural Product Communications. – 2009. – Vol. 4, No. 8. – P. 1053–1058. – DOI: 10.1177/1934578X0900400807.
5. Grech-Baran M. Sykłowska-Baranek K., Pietrosiuk A. Biotechnological approaches to enhance salidroside, rosin and its derivatives production in selected Rhodiola spp. in vitro cultures // Phytochemistry Reviews. – 2015. – Vol. 14. – P. 657–674. – DOI: 10.1007/s11101-014-9368-y.
6. Current advances and challenges in the cultivation and biotechnological intervention in Rhodiola for enhanced production of bioactive metabolites // Heliyon. – 2026. – Vol. 12, No. 13. – DOI: 10.1016/j.heliyon.2026.e45305.
7. Li J., Sun X., Li G. Adulteration prevention-oriented systematic review of chemical constituents in the genus Rhodiola and strategic outlook for species identification based on chemical constituents // Frontiers in Pharmacology. – 2026. – Vol. 17. – Art. 1872755. – DOI: 10.3389/fphar.2026.1872755.
8. / Royal Botanic Gardens, Kew. (accessed: 02.10.2026).
9. Kurmukov A.G., Ziyaeva A., Shamsiev B., Lyapina N. The choleretic effect and changes in the composition of bile under the influence of extracts from the roots and rhizomes of Rhodiola heterodonta // Pharmaceutical Journal. – 2011. – No. 1. – P. 52–55.
10. Mamadalieva N.Z., Turginov O.T., Rosenau T., Fakhrutdinova M., Azimova Sh.S., Tozhibaev K.Sh., Böhmdorfer S. Chemical Composition of Essential Oil from Dionysia hissarica // Chemistry of Natural Compounds. – 2018. – Vol. 54, No. 3. – P. 593–594. – DOI: 10.1007/s10600-018-2419-7.

11. Hu M., Numonov S., Aisa H.A., Xin X. Exploring the active components and potential mechanisms of Rhodiola heterodonta for alleviating T2DM based on network pharmacology // Food Bioscience. – 2024. – Vol. 62. – Art. 105257. – DOI: 10.1016/j.fbio.2024.105257.
12. Plants of the World Online. Dionysia hissarica Lipsky / Royal Botanic Gardens, Kew. (accessed: 02.10.2026).
13. Wu S., Zu Y., Wu M. High yield production of salidroside in the suspension culture of Rhodiola sachalinensis // Journal of Biotechnology. – 2003. – Vol. 106, No. 1. – P. 33–43. – DOI: 10.1016/S0168-1656(03)00224-4.
14. Yousef G.G., Grace M.H., Cheng D.M., Belolipov I.V., Raskin I., Lila M.A. Comparative phytochemical characterization of three Rhodiola species // Phytochemistry. – 2006. – Vol. 67, No. 21. – P. 2380–2391. – DOI: 10.1016/j.phytochem.2006.07.026.
15. Yunuskhodjaev A.N., Iskandarova S.F., Kurmukov A.G., Saidov S.A. Study of adaptogenic properties and chronic toxicity of extract of Rhodiola heterodonta // European Journal of Natural History. – 2014. – No. 2. – P. 35–38.
16. Zaripova M.R., Gayibova S.N., Makhmudov R.R., Mamadrahimov A.A. et al. Characterization of Rhodiola heterodonta (Crassulaceae): Phytocomposition, Antioxidant and Antihyperglycemic Activities // Preventive Nutrition and Food Science. – 2024. – Vol. 29, No. 2. – P. 135–145. – DOI: 10.3746/pnf.2024.29.2.135.

ДЛЯ ЗАМЕТОК

ДЛЯ ЗАМЕТОК

UNIVERSUM: ХИМИЯ И БИОЛОГИЯ

Электронный научный журнал

№ 10(148)
Октябрь 2026 г.

Мнение авторов может не совпадать с позицией редакции.

Издание содержит научную информацию и в соответствии с ч. 4 ст. 1 Федерального закона от 29.12.2010 № 436-ФЗ «О защите детей от информации, причиняющей вред их здоровью и развитию» не подлежит классификации (маркировке) по возрастным категориям

Издательство ООО «Юниверсум»

Объём издания: 380 с.

Минимальные системные требования: процессор с частотой от 1,3 ГГц; ОЗУ от 512 МБ; программа для чтения PDF-файлов; доступ к сети Интернет

Дата размещения в сети Интернет: 07.10.2026

Журнал размещается в:

CYBERLENINKA

Google scholar

BASE

OpenAIRE

НАУЧНАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ БИБЛИОТЕКА eLIBRARY.RU

ULRICHSWEB GLOBAL SERIALS DIRECTORY

СОЦИОНЕТ

EBSCO

Registry of Open Access Repositories (ROAR)