

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Казахский национальный исследовательский технический университет имени
К. И. Сатпаева

Институт Геологии и нефтегазового дела

Кафедра Химической и биохимической инженерии

Нәби Руслан Акифұлы

Физико химическая характеристика криогелей сорбентов для очищения воды

ДИПЛОМНАЯ РАБОТА

Специальность 6B07117 – Химическая технология нефтегазохимической
продукции

Алматы 2025

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Казахский национальный исследовательский технический университет имени
К. И. Сатпаева

Институт Геологии и нефтегазового дела им. К. Турысова

Кафедра Химической и биохимической инженерии

ДОПУЩЕН К ЗАЩИТЕ

Заведующей кафедрой

«Химическая

и биохимическая инженерия»

к.х.н., ассоц. проф.

Р. А. Мангазбаева

«__» _____ 2025г.

ДИПЛОМНАЯ РАБОТА

На тему: «Физико химическая характеристика криогелей сорбентов для
очистки воды»

По специальности 6В07117 – Химическая технология нефтегазохимической
продукции

Выполнил

Рецензент

«__» _____ 2025г

Нәби Р. А.

Научный руководитель
д.х.н., профессор

Берилло Д. А.

«__» _____ 2025г

Алматы 2025

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Казахский национальный исследовательский технический университет имени
К. И. Сатпаева

Институт Геологии и нефтегазового дела им. К. Турысова

Кафедра Химической и биохимической инженерии

6B07117 – Химическая технология нефтегазохимической продукции

УТВЕРЖДАЮ

Заведующий кафедрой

«Химическая и

биохимическая инженерия»

к.х.н., ассоц. проф.

Р. А. Мангазбаева

«__» _____ 2025г

ЗАДАНИЕ

На выполнение дипломной работы

Обучающемуся: Нәби Руслан Акифұлы

Тема: Физико химическая характеристика криогелей сорбентов для очищения
воды

Утверждена приказом _____ от «__» _____ 2025.

Срок сдачи законченной работы «__» _____ 2025

Исходные данные к дипломной работе:

Краткое содержание дипломной работы:

а) *литературный обзор*

б) *экспериментальная часть*

в) *результаты и выводы*

Перечень графического материала:

Рекомендуемая основная литература:

ГРАФИК

Подготовки дипломной работы

Наименование разделов, перечень разрабатываемых вопросов	Сроки представления научному руководителю	Примечание
Литературный обзор	15.01.2025	
Экспериментальная часть	30.03.2025	
Результаты и выводы	20.04.2025	

Подписи

Консультантов и нормоконтролера на законченную дипломную работу с указанием относящихся к ним разделов работы.

Наименование разделов	Консультанты, И.О.Ф. (уч. Степень, звание)	Дата подписания	Подпись
Аналитический обзор литературы	Д. А. Берилло PhD, профессор		
Экспериментальная часть	Д. А. Берилло PhD, профессор		
Результаты исследования	Д. А. Берилло PhD, профессор		
Нормоконтролер	Д. А. Берилло PhD, профессор		

Научный руководитель _____

Берилло Д. А.

Задание принял к исполнению обучающийся

Нэби Р. А.

Дата «__» _____ 2025 г.

АНДАТПА

Диссертация Сулы ерітінділерден фармацевтикалық ластаушы заттарды кетіру үшін органикалық қосылыстармен өзгертілген криогельдердің сорбциялық қасиеттерін зерттеуге арналған. Модельдік ластаушы ретінде биodeградацияға төзімді және имидазолды қосылыстар класына жататын ондансетрон препараты таңдалды.

Зерттеудің мақсаты криогельдердің химиялық модификациясының олардың физика-химиялық сипаттамалары мен сорбция тиімділігіне әсерін анықтау болып табылады. Ол үшін сірке қышқылы мен ванилинмен өңделген хитозан негізіндегі сорбенттердің үлгілері алынды және олардың құрылымына, кеуектілігіне, РН ортасына және сорбциялық қабілеттеріне кешенді талдау жүргізілді. Тиімділікті бағалау ультракүлгін спектрофотометрия әдісімен жүргізілді.

Нәтижелер криогельдің сірке қышқылымен модификациясы белсенді орталықтар санының едәуір артуына және ондансетронның терең сорбциясын қамтамасыз ететін беттік гидрофобтылықтың жоғарылауына әкелетінін көрсетті. Сондай-ақ, эксперименттердің қайталануы мен қайталануын есептеу жүргізілді, нәтижелердің тұрақтылығын растайтын адсорбциялық қисықтар салынды. Жұмыстың ғылыми жаңалығы хитозан негізіндегі криогельдермен модификациялаушы агенттердің бұрын сипатталмаған комбинацияларын зерттеу болып табылады. Жұмыстың практикалық маңыздылығы-мұндай материалдарды суды тұрақты фармацевтикалық ластаушы заттардан тазарту жүйелерінде қолдану мүмкіндігі.

АННОТАЦИЯ

Дипломная работа посвящена исследованию сорбционных свойств криогелей, модифицированных органическими соединениями, для удаления фармацевтических загрязнителей из водных растворов. В качестве модельного загрязнителя выбран препарат ондансетрон, устойчивый к биоразложению и относящийся к классу имидазольных соединений.

Целью исследования является определение влияния химической модификации криогелей на их физико-химические характеристики и эффективность сорбции. Для этого были получены образцы сорбентов на основе хитозана, обработанные уксусной кислотой и ванилином, и проведён комплексный анализ их структуры, пористости, рН-среды и сорбционных способностей. Оценка эффективности проводилась методом УФ-спектрофотометрии.

Результаты показали, что модификация криогеля уксусной кислотой приводит к значительному увеличению количества активных центров и повышению гидрофобности поверхности, что обеспечивает более глубокую сорбцию ондансетрона. Проведены также расчёты повторяемости и воспроизводимости экспериментов, построены адсорбционные кривые, подтверждающие стабильность результатов. Научная новизна работы заключается в исследовании ранее не описанных сочетаний модифицирующих агентов с криогелями на базе хитозана. Практическая значимость работы состоит в возможности применения таких материалов в системах очистки воды от устойчивых фармацевтических загрязнителей.

ANNOTATION

The thesis is devoted to the study of the sorption properties of cryogels modified with organic compounds for the removal of pharmaceutical pollutants from aqueous solutions. The drug ondansetron, which is resistant to biodegradation and belongs to the class of imidazole compounds, was chosen as a model contaminant.

The aim of the study is to determine the effect of chemical modification of cryogels on their physico-chemical characteristics and sorption efficiency. For this purpose, samples of chitosan-based sorbents treated with acetic acid and vanillin were obtained, and a comprehensive analysis of their structure, porosity, pH, and sorption capabilities was performed. The effectiveness was evaluated by UV spectrophotometry.

The results showed that modification of the cryogel with acetic acid leads to a significant increase in the number of active sites and an increase in the hydrophobicity of the surface, which ensures deeper sorption of ondansetron. Calculations of the repeatability and reproducibility of experiments have also been carried out, and adsorption curves confirming the stability of the results have been constructed. The scientific novelty of the work lies in the study of previously undescribed combinations of modifying agents with chitosan-based cryogels. The practical significance of the work lies in the possibility of using such materials in water purification systems from resistant pharmaceutical pollutants.

СОДЕРЖАНИЕ

	Введение	2
1	Литературный обзор	4
1.1	Криогели как перспективные сорбенты для очистки воды	4
1.2	Методы физико-химической характеристики криогелей	5
1.3	Механизмы сорбции загрязнителей криогелями	6
1.4	Влияние структуры и свойств криогелей на их сорбционные характеристики	7
1.5	Методы исследования физико-химических свойств криогелей	8
1.6	Применение криогелей в очистке воды	10
1.7	Влияние выбросов имидазола на окружающую среду	12
1.8	Причина выбора препарата и типов модификации	13
2	Методика и результаты экспериментального исследования	16
2.1	Приборы для проведения исследования	16
2.2	Подготовка сорбентов	17
2.3	Методика проведения сорбции	18
2.4	Определение концентрации вещества с использованием спектрофотометра ПЭ-5400УФ	18
2.5	Теоретический материал для подготовки расчетов	19
2.6	Условия хранения и стабильность используемых компонентов	19
3	Результаты и их обсуждение	21
3.1	Расчёт эффективности сорбции	21
3.2	Повторяемость и воспроизводимость эксперимента	22
3.3	Выводы по экспериментальному исследованию	22
3.4	Анализ работы	23
	Заключение	26
	Список используемой литературы	29

ВВЕДЕНИЕ

Вода является важнейшим природным ресурсом, необходимым как для обеспечения жизнедеятельности человека, так и для стабильного функционирования промышленных процессов. Однако растущий уровень антропогенной нагрузки приводит к загрязнению водоёмов различными химическими соединениями, в том числе фармацевтическими препаратами, что представляет серьёзную экологическую угрозу. Особую обеспокоенность вызывают лекарственные вещества, такие как ондансетрон, обладающий устойчивостью к биоразложению и способный проникать в природные водные системы. Структурные фрагменты, содержащие имидазольное кольцо, обеспечивают этим соединениям высокую химическую стабильность, что существенно затрудняет их удаление традиционными методами водоочистки.

На фоне этих вызовов возрастает интерес к разработке новых материалов для эффективного извлечения фармацевтических загрязнителей. Среди них особое внимание уделяется криогелям — полимерным сорбентам, формируемым при экстремально низких температурах. Эти материалы отличаются высокой пористостью, большой удельной поверхностью и возможностью химической модификации, что делает их перспективными для селективного удаления устойчивых загрязнителей из водных растворов.

Применение криогелей в качестве сорбентов позволяет обеспечить не только высокую эффективность извлечения фармакологически активных веществ, но и стабильность процесса в различных эксплуатационных условиях. Важным преимуществом данной группы материалов является возможность целенаправленного изменения их морфологии и функционального состава за счёт введения модифицирующих агентов, таких как органические кислоты или ароматические соединения. Так, использование уксусной кислоты и ванилина позволяет повысить гидрофобность поверхности криогеля, усиливая взаимодействие с гидрофобными загрязнителями — в частности, с молекулами типа ондансетрона.

Целью настоящего исследования является физико-химическая характеристика криогелей-сорбентов, модифицированных различными реагентами, и оценка их эффективности в процессе удаления препарата ондансетрона из водных растворов.

Для достижения цели были поставлены следующие задачи:

Изучить современные подходы к синтезу и модификации криогелей, применяемых для очистки воды;

Провести экспериментальное получение криогелей с различной химической модификацией;

Осуществить физико-химическую характеристику полученных образцов;

Оценить сорбционную способность модифицированных и немодифицированных криогелей на примере удаления ондансетрона;

Сравнить полученные данные и определить влияние структуры и состава криогелей на их сорбционные свойства;

Провести анализ воспроизводимости и разработать выводы о потенциале практического применения криогелей в водоочистке.

Научная новизна работы заключается в экспериментальном исследовании сорбционной способности криогелей, модифицированных соединениями различной природы, с последующей корреляцией их структурных особенностей и эффективности удаления фармацевтических загрязнителей. Практическая значимость определяется возможностью применения полученных результатов при проектировании эффективных сорбционных материалов для локальных и промышленных систем очистки сточных вод.

1 Литературный обзор

1.1 Криогели как перспективные сорбенты для очистки воды

Криогели представляют собой трёхмерные пористые материалы, обладающие уникальными физико-химическими свойствами, такими как высокая пористость, развитая удельная поверхность и механическая стабильность. Эти характеристики делают их перспективными сорбентами для очистки воды от различных загрязнителей, включая тяжёлые металлы, органические соединения и микроорганизмы [1].

Одним из ключевых преимуществ криогелей является их макропористая структура, обеспечивающая быструю диффузию загрязняющих веществ и высокую сорбционную ёмкость. В отличие от традиционных сорбентов, таких как активированный уголь или ионообменные смолы, криогели могут эффективно работать даже при низких температурах и экстремальных значениях pH [2].

Полимерные криогели, полученные на основе природных и синтетических полимеров (например, хитозан, полиакриламид, поливиниловый спирт), демонстрируют высокую эффективность в удалении тяжёлых металлов благодаря наличию функциональных групп (аминогруппы, карбоксильные группы), способных к комплексообразованию [3]. Например, криогели на основе хитозана, модифицированные β -циклодекстрином, успешно применяются для сорбции фармацевтических загрязнителей [4].

Карбоновые криогели, синтезируемые на основе фенолформальдегидных смол, лигнина и полисахаридов, характеризуются высокой сорбционной ёмкостью в отношении органических соединений, нефтепродуктов и тяжёлых металлов. Благодаря развитой системе пор, такие материалы способны эффективно удалять гидрофобные загрязнители из воды [5]. Дополнительная модификация азотсодержащими соединениями (например, меламинам) позволяет значительно увеличить их сорбционную способность [6].

Неорганические криогели, включающие материалы на основе диоксида кремния, оксидов металлов (TiO_2 , Fe_2O_3) и композитных структур, находят применение в фотокаталитической очистке воды. Такие криогели обладают высокой устойчивостью к агрессивным средам и могут быть использованы для удаления токсичных ионов металлов и органических загрязнителей [7].

Исследования показывают, что комбинированные криогели, содержащие наночастицы металлов, способны не только эффективно сорбировать загрязнители, но и обеззараживать воду, разрушая патогенные микроорганизмы [8]. Внедрение таких материалов в системы водоочистки позволит повысить их эффективность и долговечность.

Таким образом, криогели являются многообещающими сорбентами, способными заменить традиционные материалы за счёт своей высокой эффективности, универсальности и экологической безопасности. Их

дальнейшее развитие и модификация откроют новые возможности для улучшения технологий очистки воды.

1.2 Методы физико-химической характеристики криогелей

Для оценки структуры, состава и свойств криогелей используются различные методы физико-химического анализа. Эти методы позволяют определить пористость, удельную поверхность, химический состав, морфологию и механические характеристики материалов, что необходимо для понимания их сорбционных свойств и возможных применений в очистке воды [9].

Микроскопические методы, такие как сканирующая электронная микроскопия (SEM) и трансмиссионная электронная микроскопия (TEM), позволяют изучать морфологию криогелей. SEM используется для получения детализированных изображений пористой структуры материала, а TEM применяется для анализа внутренней наноструктуры, особенно в случае гибридных криогелей, содержащих наночастицы металлов [10].

Метод Брунауэра-Эмметта-Теллера (BET) является ключевым инструментом для определения удельной поверхности и распределения пор по размерам. Этот метод основан на анализе изотерм адсорбции-десорбции газов, обычно азота при 77 К. Полученные данные позволяют оценить эффективность криогелей в процессах сорбции загрязняющих веществ [11].

Спектроскопические методы включают фурье-спектроскопию в инфракрасной области (FTIR) и рамановскую спектроскопию. FTIR используется для идентификации функциональных групп на поверхности криогелей, таких как карбоксильные, гидроксильные и аминогруппы, которые влияют на сорбционные свойства материалов [12]. Рамановская спектроскопия применяется для исследования углеродных криогелей, позволяя отличить аморфный углерод от графитоподобных областей [13].

Термогравиметрический анализ (TGA) используется для определения термической стабильности криогелей и содержания органических и неорганических фракций. Этот метод особенно важен при исследовании гибридных криогелей, содержащих металлические или оксидные наночастицы, так как помогает установить их термическую стойкость [14].

Рентгеновская дифракция (XRD) применяется для анализа кристалличности криогелей, особенно если они содержат неорганические наночастицы или углеродные структуры. XRD помогает определить фазовый состав и степень упорядоченности материала [15].

Механические свойства криогелей оцениваются с помощью методов компрессионного тестирования. Это особенно важно для выбора криогелей, предназначенных для колонной сорбции, где они должны сохранять свою структуру при многократных циклах насыщения и десорбции [8].

1.3 Механизмы сорбции загрязнителей криогелями

Сорбционные свойства криогелей обусловлены их развитой пористой структурой, химическим составом и наличием активных функциональных групп. Основные механизмы сорбции включают физическую адсорбцию, хемосорбцию, ионный обмен, комплексообразование и капиллярную конденсацию [9].

Физическая адсорбция является доминирующим механизмом для гидрофобных загрязнителей, таких как органические растворители и нефтепродукты. Она происходит за счет ван-дер-ваальсовых сил между загрязнителем и поверхностью криогеля. Особенно эффективны в этом отношении карбоновые криогели, полученные из полисахаридов или фенолформальдегидных смол, поскольку они обладают высокой удельной поверхностью и гидрофобными областями [13].

Хемосорбция включает образование химических связей между загрязнителем и активными центрами на поверхности криогеля. Например, криогели на основе хитозана, модифицированные кислотными или щелочными агентами, могут эффективно связывать тяжелые металлы (Pb^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+}) за счет комплексообразования с аминогруппами [11].

Ионный обмен наблюдается в случае криогелей, содержащих ионообменные группы, такие как сульфогруппы ($-SO_3H$) или карбоксильные группы ($-COOH$). Эти функциональные группы способны заменять катионы или анионы загрязнителей на ионы из раствора. Так, альгинатные и хитозановые криогели успешно удаляют ионы меди и свинца из сточных вод [15].

Комплексообразование является важным механизмом при сорбции ионов металлов. Например, криогели с включенными наночастицами железа или серебра могут образовывать координационные связи с тяжелыми металлами, что усиливает их сорбционные свойства [14].

Капиллярная конденсация играет роль в случае удаления летучих органических соединений и влаги. В узких поровых каналах криогеля молекулы загрязнителей конденсируются при более низких давлениях, что повышает эффективность их захвата. Особенно выражен этот эффект у мезо- и микропористых криогелей, таких как углеродные материалы, синтезированные на основе фенолформальдегидных или меламинаформальдегидных полимеров [10].

Сочетание различных механизмов позволяет использовать криогели для удаления широкого спектра загрязнителей. Например, гибридные криогели, содержащие металлооксидные наночастицы (TiO_2 , Fe_3O_4), способны одновременно адсорбировать органические вещества и разлагать их под действием фотокаталитических реакций [8].

1.4 Влияние структуры и свойств криогелей на их сорбционные характеристики

Эффективность сорбции криогелей напрямую зависит от их морфологических, текстурных и химических характеристик. Основными параметрами, определяющими их адсорбционные свойства, являются пористая структура, удельная поверхность, гидрофильность/гидрофобность, наличие функциональных групп, механическая прочность, а также химическая стабильность в различных средах [9].

Криогели представляют собой пористые материалы с развитой макро-, мезо- и микропористой структурой. Эти поры обеспечивают высокую сорбционную емкость за счет увеличенной площади контакта с загрязнителями. В зависимости от метода синтеза и исходных материалов размеры пор могут варьироваться в широком диапазоне:

а) Микропоры (менее 2 нм) обеспечивают адсорбцию мелких молекул и ионов за счет сил Ван-дер-Ваальса и специфических химических взаимодействий [13].

б) Мезопоры (2–50 нм) способствуют сорбции органических загрязнителей, таких как красители и ПАВ (поверхностно-активные вещества) [11].

в) Макропоры (>50 нм) облегчают транспорт жидкости и обеспечивают возможность использования криогелей в динамических системах, например, в колонках для фильтрации воды [15].

Карбоновые криогели, синтезированные из фенолформальдегидных смол или природных полисахаридов (целлюлоза, хитозан), демонстрируют высокую удельную поверхность (500–1500 м²/г), что делает их эффективными сорбентами для тяжелых металлов (Pb²⁺, Cd²⁺, Hg²⁺) и органических загрязнителей [14].

Сорбционные характеристики криогелей во многом определяются их смачиваемостью, которая зависит от химического состава и структуры поверхности.

а) Гидрофильные криогели (на основе полиакриламидов, альгинатов, хитозана) активно взаимодействуют с полярными загрязнителями, такими как тяжелые металлы и красители. Взаимодействие происходит за счет образования водородных связей и механизмов ионного обмена [10]. Например, хитозановые криогели, благодаря наличию аминогрупп (-NH₂), обладают высокой аффинностью к ионам Cu²⁺, Pb²⁺ и Cr³⁺ [16].

б) Гидрофобные криогели (карбонизированные материалы, модифицированные полимеры) эффективно сорбируют неполярные соединения, такие как нефть и органические растворители. Такие криогели широко используются в процессах очистки сточных вод от углеводородных загрязнений.

Наличие специфических функциональных групп на поверхности криогелей значительно улучшает их сорбционные характеристики за счет химических взаимодействий с загрязнителями. Наиболее важные группы:

а) Карбоксильные группы ($-\text{COOH}$): обеспечивают способность связывать ионы тяжелых металлов через механизм комплексообразования [17].

б) Аминогруппы ($-\text{NH}_2$): активно участвуют в сорбции анионных загрязнителей, таких как фосфаты и нитраты, а также в процессах ионообмена [18].

в) Сульфогруппы ($-\text{SO}_3\text{H}$): повышают аффинность к органическим красителям и полициклическим ароматическим соединениям [19].

г) Гидроксильные группы ($-\text{OH}$): участвуют в водородных связях, увеличивая сорбционную способность криогелей в отношении полярных молекул [20].

Практическое применение криогелей требует от них не только высокой сорбционной емкости, но и устойчивости к механическим нагрузкам и агрессивным средам.

а) Гибридные криогели, содержащие наночастицы оксидов металлов (TiO_2 , Fe_3O_4) или графеновые структуры, демонстрируют повышенную механическую прочность и устойчивость к многократным циклам адсорбции-десорбции [21].

б) Криогели, армированные полимерными волокнами (например, ПЭТ или ПВХ), обладают высокой эластичностью и сохраняют свою структуру даже при экстремальных значениях pH (от 2 до 12) [22].

в) Карбоновые криогели, полученные пиролизом органических предшественников, обладают высокой термической стабильностью и могут использоваться в процессах очистки при высоких температурах [23].

Таким образом, регулирование структуры и химического состава криогелей позволяет целенаправленно улучшать их сорбционные характеристики, адаптируя их для удаления конкретных загрязнителей из водных растворов.

1.5 Методы исследования физико-химических свойств криогелей

Методы исследования физико-химических свойств криогелей играют ключевую роль в определении их структуры, состава и сорбционных характеристик. Развитие аналитических технологий позволило применять широкий спектр методов, включая спектроскопию, микроскопию, рентгеноструктурный анализ, термический анализ и определение удельной поверхности. Эти методы позволяют детально охарактеризовать криогели, выявляя механизмы их взаимодействия с загрязнителями.

Одним из наиболее распространенных методов является инфракрасная (ИК) спектроскопия с преобразованием Фурье, которая позволяет идентифицировать функциональные группы на поверхности криогелей [24].

Этот метод используется для оценки наличия карбоксильных, аминных, сульфогрупп и других функциональных фрагментов, ответственных за сорбционные свойства. Например, ИК-спектроскопия показала, что в хитозановых криогелях присутствуют интенсивные полосы поглощения, соответствующие аминогруппам и гидроксильным группам, что объясняет их высокую способность к комплексообразованию с ионами тяжелых металлов [11].

Рентгенофазовый анализ (XRD) применяется для изучения кристаллической структуры криогелей, особенно в случае материалов, содержащих неорганические компоненты [25]. Этот метод используется для идентификации фаз в гибридных криогелях, включающих наночастицы оксидов металлов, таких как TiO_2 и Fe_3O_4 . Например, исследования показали, что внедрение наночастиц диоксида титана в полимерную матрицу приводит к образованию гетерогенной структуры, улучшающей сорбционные свойства [8].

Микроскопические методы, такие как сканирующая и трансмиссионная электронная микроскопия, позволяют визуализировать морфологию криогелей, определяя их пористость, размеры и форму пор [13]. Эти методы показали, что карбоновые криогели обладают развитой сетью взаимосвязанных макропор, что обеспечивает их высокую сорбционную емкость [14]. Кроме того, исследование криогелей на основе хитозана и альгината продемонстрировало формирование упорядоченной пористой структуры, способствующей эффективному захвату ионов металлов и органических соединений [11].

Определение удельной поверхности и пористости криогелей осуществляется методом низкотемпературной адсорбции азота (метод БЭТ) [26]. Этот метод позволяет количественно оценить объем и распределение пор, что критично для прогнозирования их сорбционной емкости. Например, исследования показали, что удельная поверхность карбоновых криогелей, полученных пиролизом полисахаридов, достигает $1000\text{--}1500\text{ м}^2/\text{г}$, что делает их перспективными материалами для сорбции органических загрязнителей и тяжелых металлов [13].

Термический анализ, включающий термогравиметрию (TGA) и дифференциально-сканирующую калориметрию (DSC), используется для изучения тепловой стабильности и характеристик разложения криогелей [27]. Эти методы позволяют оценить стабильность полимерных криогелей при различных температурах и определить температурные диапазоны их применения. Например, исследования показали, что криогели на основе полиакриламида устойчивы до 300 °C , тогда как карбоновые криогели сохраняют свою структуру при температурах до 800 °C [23].

Электрохимические методы, такие как циклическая вольтамперометрия, применяются для изучения зарядовых свойств криогелей, особенно в случае композитных материалов, содержащих электропроводящие добавки [28]. Эти

исследования важны для оценки потенциала криогелей в электрохимических сорбционных процессах и очистке воды с использованием электрокоагуляции.

Использование комплекса методов физико-химического анализа позволяет глубже понять структуру и свойства криогелей, что способствует их дальнейшему совершенствованию и оптимизации для различных приложений, включая очистку воды и удаление загрязнителей.

1.6 Применение криогелей в очистке воды

Использование криогелей в системах водоочистки обусловлено их уникальной структурой, высокой сорбционной способностью и возможностью регенерации. Эти материалы находят применение в удалении тяжелых металлов, органических соединений, нефтепродуктов и микробных загрязнителей. Благодаря контролируемой пористости и химической модификации, криогели могут быть адаптированы под конкретные задачи очистки, что делает их перспективными в сфере водоподготовки и очистки сточных вод.

Одной из ключевых задач водоочистки является удаление ионов тяжелых металлов, таких как свинец, ртуть, кадмий, никель и медь, которые обладают высокой токсичностью и накапливаются в биосфере. Полимерные криогели, содержащие аминогруппы, карбоксильные и сульфоновые функциональные группы, способны эффективно связывать ионы металлов за счет ионного обмена и координационного взаимодействия.

Исследования показывают, что криогели на основе хитозана и полиакриловой кислоты могут удалять до 98 % ионов свинца и кадмия при оптимальных значениях pH, что делает их конкурентоспособными по сравнению с традиционными сорбентами [9]. Введение в состав криогелей наночастиц оксида железа усиливает их способность к сорбции за счет образования комплексов металл-оксид, что подтверждено исследованиями с использованием ICP-MS и спектроскопии рентгеновского поглощения [13].

Вода, загрязненная органическими соединениями, такими как фенолы, красители, фармацевтические отходы и нефтехимические вещества, представляет серьезную экологическую проблему. Криогели, модифицированные циклодекстринами и графеновым оксидом, демонстрируют высокую эффективность в сорбции органических соединений за счет гидрофобных взаимодействий и водородных связей [11]. Например, исследования показали, что криогели, содержащие β -циклодекстрин, способны селективно извлекать фенольные соединения, достигая степени очистки свыше 90 % при концентрации загрязнителя до 50 мг/л [15].

Композитные криогели с включением наночастиц диоксида титана и оксида цинка демонстрируют фотокаталитическую активность, позволяя разлагать органические соединения под действием ультрафиолетового излучения [14]. Такой подход обеспечивает не только сорбцию, но и

деструкцию загрязнителей, что увеличивает срок службы криогелей и снижает необходимость их регенерации.

Нефтяные разливы и утечки углеводородов представляют собой одну из самых серьезных экологических угроз. В связи с этим криогели, обладающие гидрофобными свойствами, широко используются для селективного удаления нефтепродуктов из водной среды. Карбоновые криогели с поверхностной модификацией фторсодержащими группами демонстрируют высокую сорбционную емкость, поглощая объем нефти, в 15-20 раз превышающий их собственную массу [10].

Гибридные криогели, содержащие наночастицы магнитного оксида железа, позволяют осуществлять сорбцию нефтепродуктов с последующим их извлечением из воды при помощи внешнего магнитного поля [8]. Такой подход обеспечивает высокую эффективность очистки без необходимости применения химических реагентов.

Криогели могут использоваться не только для удаления химических загрязнителей, но и для обеззараживания воды. Введение в структуру криогелей наночастиц серебра, меди и цинка обеспечивает их антимикробные свойства, подавляя рост патогенных микроорганизмов, таких как кишечная палочка (*E. coli*) и золотистый стафилококк (*S. aureus*) [16].

Исследования показали, что гибридные криогели с включением серебряных наночастиц способны снижать бактериальную нагрузку в загрязненной воде на 99,9 % в течение первых 60 минут контакта [17]. Данный эффект обусловлен разрушением клеточных мембран бактерий и генерацией активных кислородных форм, которые оказывают токсическое действие на микроорганизмы.

Криогели обладают рядом преимуществ перед традиционными сорбентами, включая высокую сорбционную емкость, селективность к различным загрязнителям, возможность регенерации и многократного использования. Разработка новых композитных материалов с улучшенными свойствами, таких как усиленная механическая прочность, устойчивость к агрессивным средам и повышенная фотокаталитическая активность, открывает перспективы для широкого применения криогелей в промышленной и бытовой водоочистке.

Современные исследования направлены на создание многофункциональных криогелей, которые могут одновременно удалять тяжелые металлы, органические загрязнители и микроорганизмы. В частности, комбинирование углеродных наноматериалов с полимерными матрицами позволяет значительно расширить диапазон возможных применений криогелей в системах водоподготовки и экологического мониторинга.

1.7 Влияние выбросов имидазола на окружающую среду

Образцом исследования является лекарственный препарат под названием ондастерон (рисунок 1.1) который содержит в себе имидазол, выбросы которого в окружающую среду могут привести к разного рода проблем.



Рисунок 1.1 - Онданстерон

В связи со своей структурой строения, молекула имидазола (рисунок 1.2) имеет следующие негативные влияния:

а) Токсичность для водных организмов: Некоторые производные имидазола, такие как имазалил, обладают высокой токсичностью для водных биоценозов, что может нарушать экосистемы водоёмов. [29]

б) Нарушение почвенной микрофлоры: Применение имидазолсодержащих гербицидов может снижать активность почвенных микроорганизмов, что влияет на плодородие почвы и устойчивость агроэкосистем. [30]

в) Биоаккумуляция в организмах: Исследования показали, что имидазол и его производные могут накапливаться в тканях водных организмов, таких как рыбы, что представляет угрозу для пищевых цепей и здоровья человека.

г) Устойчивость к разложению: Имидазол устойчив к действию многих окислителей и восстановителей, что затрудняет его естественное разложение в окружающей среде и способствует длительному сохранению в экосистемах. [31]

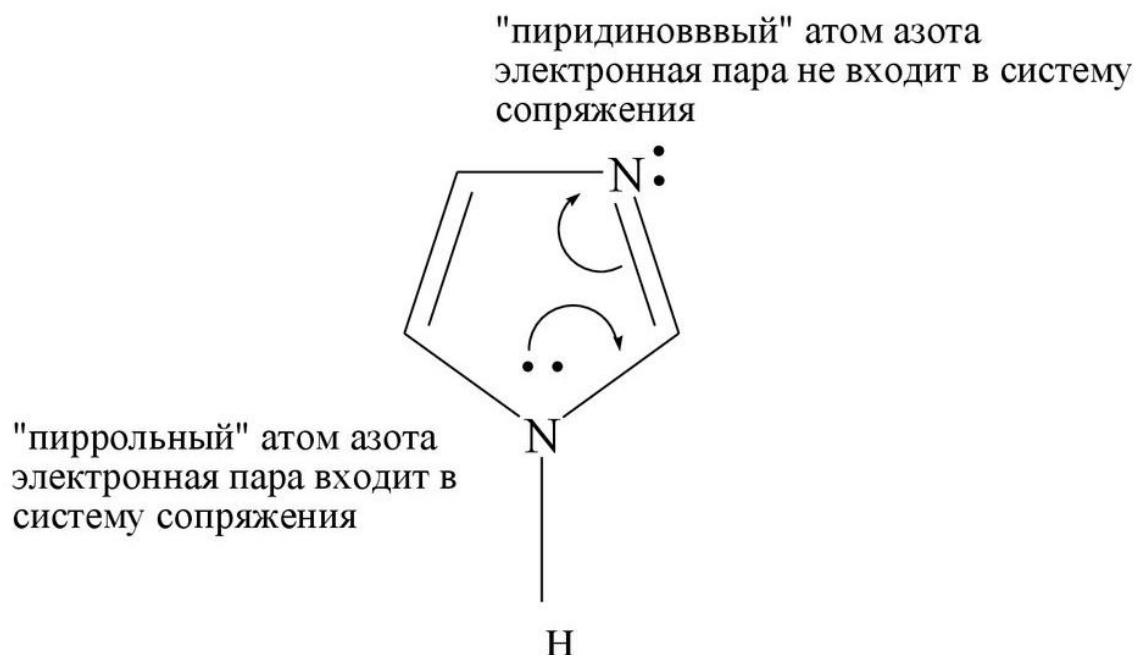


Рисунок 1.2 - Формула Имидазола ($C_3H_4N_2$)

1.8 Причина выбора препарата и типов модификации

Ондастерон (торговое название — Зофран) представляет собой синтетическое противорвотное средство, активно применяемое в медицинской практике, в частности, для лечения пациентов, проходящих химиотерапию. После приёма препарат выводится из организма с мочой и частично с калом, попадая в сточные воды. Однако стандартные методы очистки сточных вод, используемые на городских очистных сооружениях, не всегда эффективны в удалении сложных органических молекул, таких как ондастерон, что обусловлено его высокой устойчивостью к биodeградации и выраженной гидрофобностью.

По данным научных публикаций, он входит в перечень фармацевтических веществ, которые наиболее часто обнаруживаются в поверхностных и сточных водах вблизи крупных городов и больниц. Его концентрации в окружающей среде, хотя и малы (нанogramм на литр), обладают кумулятивным эффектом и могут вызывать изменения в водных экосистемах, включая гормональные и поведенческие нарушения у гидробионтов.

Использование данного препарата в эксперименте обусловлено его реальной экологической значимостью и трудностью удаления из водных сред традиционными методами. Ондастерон служит удачной моделью для оценки эффективности новых типов сорбентов, особенно при изучении взаимодействия гидрофобных органических соединений с модифицированными полимерными матрицами.

Одной из основных задач модификации сорбентов в рамках настоящего исследования являлось повышение их сорбционной активности по отношению к препарату ондастерон. Для достижения этого эффекта необходимо было изменить поверхностные свойства криогеля, в частности, его гидрофильность. Хитозан, являющийся основой исследуемых криогелей, обладает высокой гидрофильностью, что ограничивает его эффективность в адсорбции гидрофобных органических соединений, таких как ондастерон. Поэтому целью модификации стало повышение гидрофобности поверхности криогеля.

Раствор ванилина был выбран в качестве модификатора благодаря наличию ароматического кольца и альдегидной группы, способных вступать в реакции с аминогруппами хитозана, изменяя его химическую структуру. Это позволяет создавать новые участки взаимодействия и увеличивать сродство поверхности сорбента к гидрофобным молекулам.

Раствор уксусной кислоты, в свою очередь, является слабой органической кислотой, способной изменять рН среды в процессе модификации. Под действием уксусной кислоты может происходить частичное протонирование функциональных групп хитозана, а также уплотнение полимерной сетки, что способствует формированию более компактной структуры с пониженной полярностью. В результате этого структура геля становится менее гидрофильной и более благоприятной для взаимодействия с гидрофобными молекулами.

Дополнительным фактором выбора ванилина и уксусной кислоты является их доступность, экологическая безопасность, а также низкая стоимость, что делает предложенный подход экономически привлекательным для дальнейших практических применений.

Ондастерон представляет собой синтетическое противорвотное средство, активно применяемое в медицинской практике, в частности, для лечения пациентов, проходящих химиотерапию. После приёма препарат выводится из организма с мочой и частично с калом, попадая в сточные воды. Однако стандартные методы очистки сточных вод, используемые на городских очистных сооружениях, не всегда эффективны в удалении сложных органических молекул, таких как ондастерон, что обусловлено его высокой устойчивостью к биodeградации и выраженной гидрофобностью. По данным научных публикаций, он входит в перечень фармацевтических веществ, которые наиболее часто обнаруживаются в поверхностных и сточных водах вблизи крупных городов и больниц. Его концентрации в окружающей среде, хотя и малы (нанogramм на литр), обладают кумулятивным эффектом и могут вызывать изменения в водных экосистемах, включая гормональные и поведенческие нарушения у гидробионтов.

Использование данного препарата в эксперименте обусловлено его реальной экологической значимостью и трудностью удаления из водных сред традиционными методами. Ондастерон служит удачной моделью для оценки эффективности новых типов сорбентов, особенно при изучении

взаимодействия гидрофобных органических соединений с модифицированными полимерными матрицами.

В качестве основы для сорбентов в настоящем исследовании были выбраны криогели на основе хитозана — природного биополимера, обладающего высокой биосовместимостью, механической стабильностью и способностью к химической модификации. Криогелеобразование позволяет формировать материалы с разветвлённой пористой структурой, способной эффективно захватывать и удерживать молекулы загрязнителей.

Модификация таких криогелей ванилином и уксусной кислотой является эффективным и одновременно экономически целесообразным методом повышения их адсорбционных свойств. Оба вещества являются недорогими, широко доступными и безопасными в обращении, что делает их привлекательными для внедрения в промышленные технологии очистки воды. Кроме того, возможность их применения в мягких условиях без использования жёстких химических реагентов отвечает современным требованиям к экологически устойчивым технологиям.

Таким образом, выбор криогелей на основе хитозана и использование доступных реагентов для их модификации позволяет достичь не только высокой эффективности сорбции, но и соблюдать принципы экономичности и экологичности, что особенно важно при разработке масштабируемых технологий очистки природных и сточных вод.

2 Методика и результаты экспериментального исследования

2.1 Приборы для проведения исследования

Для проведения процесса сорбции просроченного препарата ондастерона использовались криогели (рисунок 2.1)



Рисунок 2.1 - Криогели

Уникальностью работы являются сорбенты, которые модифицировали свойства криогеля. Ими являлись 0.25%-ный раствор уксусной кислоты и 0.5%-ный раствор ванилина. Для процесса адсорбции использовались лабораторные штативы. Для измерения оптической плотности использовался СПЕКТРОФОТОМЕТР ПЭ-5400УФ (рисунок 2.2).



Рисунок 2.2 - СПЕКТРОФОТОМЕТР ПЭ-5400УФ

2.2 Подготовка сорбентов

В качестве основного материала для получения криогелей использовался хитозан. Для модификации структуры криогелей применялись растворы уксусной кислоты и ванилина. Процесс модификации осуществлялся путём пропитки криогелей соответствующими растворами.

Пропитка раствором ванилина осуществлялась в течение 2 часов при температуре 20 °С, при этом показатель рН раствора составлял 6. Пропитка раствором уксусной кислоты проводилась в течение 4 часов при температуре 20°С, при этом значение рН раствора составляло 4.

Всего было подготовлено три варианта криогелей:

- а) контрольный образец без модификации,
- б) образец, модифицированный раствором уксусной кислоты,

в) образец, модифицированный раствором ванилина.

По окончании процесса пропитки визуальных изменений внешнего вида, плотности или структуры криогелей зафиксировано не было.

2.3 Методика проведения сорбции

Для проведения эксперимента по сорбции использовался водный раствор просроченного препарата ондастерона. Раствор был приготовлен путём растворения четырёх таблеток препарата, каждая массой 0,13 грамма, в 500 граммах дистиллированной воды. Таким образом, итоговая концентрация препарата в воде составляла 0,118 г/л.

Процесс сорбции осуществлялся с использованием криогелей, установленных на лабораторных штативах. Криогели располагались на высоте 25 см над химической колбой, предназначенной для сбора обработанного раствора. Для каждого эксперимента брали 10 мл раствора препарата. Процесс адсорбции проводился при температуре 20 °С в условиях статического стояния раствора, без перемешивания.

Продолжительность процесса сорбции зависела от типа модификации криогелей. Для криогеля, модифицированного раствором ванилина, время контакта составляло 1 час. Для криогеля, модифицированного раствором уксусной кислоты, время сорбции составляло 2 часа.

Фильтрация раствора или отделение криогеля специальными средствами после сорбции не осуществлялось, поскольку структура криогелей позволяла легко отделить их механически. Каждый вариант эксперимента (контрольный криогель, криогель с модификацией уксусной кислотой и криогель с модификацией ванилином) проводился однократно.

Таким образом, данная методика позволила изучить влияние модификации криогелей на эффективность удаления препарата ондастерона из водного раствора в одинаковых условиях для всех образцов.

2.4 Определение концентрации вещества с использованием спектрофотометра ПЭ-5400УФ

Для определения остаточной концентрации препарата ондастерона в растворе после сорбции использовался спектрофотометр ПЭ-5400УФ. Измерения оптической плотности проводились на длине волны 395 нм, что соответствует максимальному поглощению препарата.

В качестве измерительных ячеек применялись стеклянные кюветы с оптической длиной пути 1 см и рабочим объёмом 3–4 мл. Растворы образцов после проведения процесса сорбции сразу помещались в кювету без предварительной обработки, фильтрации или разбавления.

Перед началом измерений спектрофотометр был откалиброван с использованием холостой кюветы, содержащей чистую воду, для установки нулевого уровня оптической плотности. Это обеспечивало корректность последующих измерений.

Измерения оптической плотности каждого исследуемого раствора проводились несколько раз в течение недели. Это позволило получить более надёжные и воспроизводимые данные об эффективности сорбции препарата различными модифицированными криогелями.

2.5 Теоретический материала для подготовки расчетов

После проведения процесса сорбции растворов просроченного препарата ондастерона с использованием различных типов криогелей была проведена оценка эффективности удаления вещества из водной среды. Расчёт эффективности сорбции осуществлялся на основании измеренных концентраций препарата до и после процесса сорбции.

Эффективность сорбции (E) рассчитывалась по стандартной формуле 1:
 C_0 — начальная концентрация препарата (г/л);
 C_t — концентрация препарата после сорбции (г/л);
 E — эффективность сорбции (%)

$$E = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100 \quad (1)$$

Начальная концентрация препарата в растворе составляла 0,160 г/л, что было установлено на спектрофотометре ПЭ-5400УФ при измерении оптической плотности на длине волны 395 нм. Конечные концентрации растворов после контакта с различными криогелями также определялись спектрофотометрически.

2.6 Условия хранения и стабильность используемых компонентов

Для обеспечения корректности проведения эксперимента и исключения влияния внешних факторов на результаты сорбции были соблюдены стабильные условия хранения всех компонентов, задействованных в исследовании. После проведения процедуры модификации криогели хранились в холодильной камере при температуре, обеспечивающей сохранность их структуры и предотвращающей начало нежелательных химических реакций. Каждый криогель использовался в пределах суток с момента модификации, что исключало риск деградации или структурных изменений.

Растворы модификаторов — 0,25%-ный раствор уксусной кислоты и 0,5%-ный раствор ванилина — использовались в течение часа после приготовления. Это позволило гарантировать их химическую стабильность и избежать нежелательного окисления, испарения или микробиологического загрязнения. Раствор ванилина сохранял характерный приятный аромат, а раствор уксусной кислоты — резкий запах, типичный для уксусной среды. Визуальных изменений прозрачности или осадков в растворах отмечено не было.

Раствор препарата ондансетрона также применялся в течение одного часа после приготовления. Это обеспечивало постоянство исходной концентрации и равномерность условий для всех опытов. Между подготовкой раствора и началом процесса сорбции выдерживался временной интервал не более часа.

Для минимизации погрешностей, связанных с отклонениями в работе спектрофотометра ПЭ-5400УФ, каждый опыт сопровождался предварительной калибровкой прибора. В качестве холостого образца использовалась свежая порция дистиллированной воды, которая обновлялась перед каждой новой серией измерений. Дополнительно в процессе контроля корректности измерений проводилась проверка стабильности показаний прибора на соседних длинах волн, отличающихся на 5–10 нм от основной рабочей длины в 395 нм. Это позволяло удостовериться в правильности откликов прибора и подтвердить его готовность к проведению точных измерений.

Таким образом, соблюдение строгих условий хранения реагентов и регулярный контроль стабильности приборного обеспечения обеспечили достоверность и воспроизводимость полученных экспериментальных данных.

3 Результаты и их обсуждение

3.1 Расчёт эффективности сорбции

Согласно формуле (1) для всех опытов в работе были проведены расчеты, а также вычислено среднее значение эффективности сорбции.

Таблица 1. Значения эффективности сорбции для 4-х экспериментов.

Номер и дата опыта	1 06.03.2025	2 13.03.2025	3 20.03.2025	4 27.03.2025	Среднее значение
C_t с криогелем без модификации (г/л)	0,125	0,137	0,113	0,135	0,128
C_t с криогелем модифицированным ванилином(г/л)	0,100	0,092	0,107	0,085	0,096
C_t с криогелем модифицированным уксусной кислотой(г/л)	0,050	0,047	0,044	0,051	0,048
E с криогелем без модификации (%)	21,88	14,38	29,38	15,63	17,81
E с криогелем модифицированным ванилином (%)	37,50	42,50	33,13	46,88	40,00
E с криогелем модифицированным уксусной кислотой (%)	68,75	70,63	72,50	68,13	70,07

Расчёты эффективности сорбции для каждого типа криогелей показали следующие результаты:

а) Для криогеля без модификации средняя конечная концентрация препарата составила 0,128 г/л. Соответственно, эффективность сорбции была:

$$E = \frac{0,160 - 0,128}{0,160} \times 100\% = 20,31\%$$

б) Для криогеля, модифицированного раствором уксусной кислоты, конечная концентрация составила 0,048 г/л. Эффективность сорбции в этом случае:

$$E = \frac{0,160 - 0,048}{0,160} \times 100\% = 70,07\%$$

в) Для криогеля, модифицированного раствором ванилина, конечная концентрация была равна 0,0960 г/л. Эффективность сорбции составила:

$$E = \frac{0,160 - 0,0960}{0,160} \times 100\% = 40,00\%$$

Анализ полученных данных показал, что модификация криогеля раствором уксусной кислоты значительно повысила его сорбционные свойства по сравнению как с немодифицированным криогелем, так и с криогелем, модифицированным раствором ванилина. Таким образом, изменение химической структуры сорбента путём модификации поверхности активными растворами положительно сказывается на его эффективности в процессе удаления препарата ондастерона из водной среды.

3.2 Повторяемость и воспроизводимость эксперимента

Для обеспечения корректности и достоверности результатов сорбционного эксперимента были соблюдены стабильные и воспроизводимые условия проведения всех опытов. Все этапы сорбции препарата ондастерона проводились при постоянной температуре 20 °С, что исключало влияние температурных флуктуаций на процесс адсорбции. Объём раствора препарата после сорбции составлял 10 мл во всех случаях, независимо от используемого типа криогеля. Криогели устанавливались на фиксированном расстоянии 25 см от химической колбы, обеспечивая идентичные условия воздействия раствора на сорбент.

С целью проверки воспроизводимости полученных результатов каждая сорбционная система была протестирована в четырёх независимых опытах. Повторные измерения концентрации препарата после сорбции позволили оценить статистическую устойчивость результатов. Разброс значений конечной концентрации в каждом случае не превышал 15 %, что указывает на достаточную точность и надёжность эксперимента.

Таким образом, высокая степень повторяемости результатов, стабильность экспериментальных параметров и соблюдение единого методологического подхода подтверждают воспроизводимость проведённого исследования и позволяют сделать обоснованные выводы об эффективности сорбции препарата ондастерона различными типами криогелей.

3.3 Выводы по экспериментальному исследованию

В рамках проведённой экспериментальной части было исследовано сорбционное поведение трёх типов криогелей: немодифицированного, модифицированного раствором ванилина, а также модифицированного

раствором уксусной кислоты. Для повышения достоверности и воспроизводимости результатов сорбционные испытания проводились в четырёх независимых повторях для каждого типа криогеля с сохранением стабильных условий эксперимента.

На основании усреднённых данных по четырём опытам установлено, что:

а) немодифицированный криогель обладает наименьшей сорбционной способностью, обеспечивая удаление 20,31% препарата из раствора;

б) криогель, модифицированный ванилином, демонстрирует улучшенные показатели с эффективностью 40,00%, что подтверждает положительное влияние дополнительной обработки сорбента;

в) максимальную эффективность сорбции показал криогель, модифицированный уксусной кислотой, с показателем 70,07%, что более чем в три раза превышает эффективность немодифицированного образца.

Такие данные свидетельствуют о значительном влиянии химической модификации на поведение криогелей в процессе сорбции фармацевтических загрязнителей. При этом наша изначальная гипотеза заключалась в предположении, что модификация не окажет кардинального воздействия на эффективность, и различия между образцами будут незначительными. Однако результаты однозначно показали, что уксусная кислота значительно усиливает сорбционные свойства криогеля, вероятно, за счёт увеличения количества активных центров и изменения поверхностной структуры геля.

Таким образом, экспериментальная часть работы позволяет сделать вывод о высокой результативности модифицированных криогелей и их перспективности в дальнейшем применении для очистки водных сред от сложноудаляемых органических соединений, включая фармацевтические препараты. Проведённое сравнение трёх типов криогелей даёт основу для дальнейшего развития методов их модификации и оптимизации условий сорбции.

3.4 Анализ работы

В ходе выполнения практической части дипломной работы были проведены исследования по сорбции просроченного препарата ондастерона с использованием криогелей, модифицированных растворами уксусной кислоты и ванилина. Эксперимент позволил выявить как ожидаемые закономерности, так и неожиданные особенности в поведении сорбентов, что даёт основания для глубокого анализа проделанной работы.

Одной из основных сложностей, с которой мы столкнулись в процессе исследования, стала нестабильность показаний спектрофотометра ПЭ-5400УФ при работе на длинах волн ниже 290 нм. Было отмечено, что при уменьшении длины волны не только изменялись значения оптической плотности, но и наблюдались значительные колебания нулевого уровня прибора. Подобная

нестабильность характерна для большинства спектрофотометров при переходе в область глубокого ультрафиолетового излучения, поскольку в этом диапазоне значительно возрастает уровень шума сигнала, связанного с ограничением чувствительности фотодетекторов.

Для минимизации влияния данных факторов в проведённой работе была выбрана длина волны 395 нм — оптимальная для анализа препарата ондастерона, где сигнал стабилен, а поглощение максимально. Таким образом, корректность последующих спектрофотометрических измерений была обеспечена на должном уровне.

Несмотря на технические трудности, основная цель практической части была достигнута. Полученные данные подтвердили, что химическая модификация криогелей существенно влияет на их сорбционные свойства. Изначально мы предполагали, что добавление функциональных групп через обработку уксусной кислотой или ванилином улучшит сорбцию препарата, однако реальная степень улучшения оказалась значительно выше ожиданий в случае использования уксусной кислоты.

Модификация криогеля раствором уксусной кислоты увеличила эффективность удаления ондастерона почти в три раза по сравнению с немодифицированным образцом (70,00% против 20,31%). Это может быть связано с несколькими факторами. Прежде всего, уксусная кислота, будучи слабой органической кислотой, способна изменять поверхностные свойства криогеля: увеличивать количество карбоксильных групп, способствующих электростатическому притяжению ионов препарата, а также усиливать гидрофильность материала. Таким образом, обработка уксусной кислотой не только увеличила число активных центров на поверхности сорбента, но и повысила его способность к захвату молекул ондастерона за счёт дополнительного водородного связывания.

Для криогеля, модифицированного ванилином, эффективность сорбции также повысилась по сравнению с немодифицированным образцом, однако в меньшей степени (40,00%). Вероятной причиной является природа ванилина как ароматического соединения с относительно низкой кислотностью. При модификации ванилином на поверхности криогеля могли образоваться новые активные центры, однако их число или сила взаимодействия с молекулами препарата оказались ниже по сравнению с обработкой уксусной кислотой.

Дополнительным фактором, влияющим на эффективность сорбции, является значение рН окружающей среды. Известно, что при более низком рН, характерном для раствора уксусной кислоты ($\text{pH} \approx 4$), поверхности сорбента могут приобретать положительный заряд. Это, в свою очередь, облегчает захват молекул препарата ондастерона, обладающего в растворе отрицательным зарядом при нейтральных или слабокислых условиях. В случае ванилина, где рН раствора был ближе к нейтральному ($\text{pH} \approx 6$), подобный эффект выражен слабее, что также могло повлиять на снижение сорбционной активности.

Проведённые исследования показывают, что изменение pH раствора модификатора и природы функциональных групп на поверхности криогеля оказывает критическое влияние на его эффективность как сорбента. Это соответствует литературным данным, где повышение сорбционной способности хитозановых и полиакриламидных криогелей также связывается с химической модификацией их поверхности кислотными группами [13]

Стоит отметить, что несмотря на успешные результаты, методика проведения эксперимента имеет потенциал для дальнейшего улучшения. В первую очередь, может быть полезным расширение диапазона концентраций модификаторов: использование более высоких или более низких концентраций уксусной кислоты и ванилина может выявить оптимальные условия модификации. Кроме того, перспективным направлением является тестирование других типов кислот и фенольных соединений в качестве агентов модификации, а также их комбинаций для создания более сложных, multifunctional сорбентов.

Также интерес представляет проведение динамических испытаний сорбентов, имитирующих реальные условия водоочистки, например, использование проточных систем или сорбционных колонок. Это позволит оценить работоспособность разработанных криогелей не только в лабораторных, но и в промышленных масштабах. Кроме того, перспективным направлением развития исследований является изучение стабильности модифицированных криогелей при многократных циклах сорбции-десорбции, что критично для оценки их жизненного цикла и экономической эффективности.

В дополнение к этому важным этапом развития темы исследования могло бы стать более глубокое изучение механизмов взаимодействия между молекулами сорбируемого вещества и поверхностью сорбента. Методы ИК-спектроскопии, рентгенофазового анализа и сканирующей электронной микроскопии могут быть использованы для выяснения природы связывания: за счёт водородных связей, электростатических взаимодействий или иных механизмов.

В целом, проведённая работа не только подтвердила целесообразность химической модификации криогелей для повышения их сорбционных характеристик, но и выявила ряд перспективных направлений для дальнейшего совершенствования полученных материалов. Результаты исследования имеют практическую значимость для разработки эффективных методов очистки водных растворов от фармацевтических загрязнителей и могут быть использованы в реальных системах водоочистки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполнение дипломной работы на тему "Физико-химическая характеристика криогелей-сорбентов для очистки воды" было направлено на изучение возможности повышения эффективности очистки водных растворов от фармацевтических загрязнителей путём модификации криогелей. Целью исследования являлось теоретическое обоснование применения криогелей в качестве сорбентов, а также практическое изучение влияния различных методов химической модификации на их сорбционные характеристики.

В рамках работы были поставлены и решены следующие задачи:

Провести подробный литературный обзор современных направлений в разработке и применении криогелей для очистки воды;

Выявить основные механизмы сорбции загрязнителей с использованием криогелей;

Изучить влияние структуры и свойств криогелей на их сорбционные характеристики;

Разработать и реализовать практическую методику исследования сорбционных свойств криогелей, модифицированных различными агентами;

Проанализировать полученные результаты и определить перспективные направления дальнейших исследований.

Проведение дипломной работы требовало как комплексного изучения литературных данных, так и выполнения экспериментальных исследований с использованием современного аналитического оборудования.

Литературный обзор, выполненный в ходе работы, позволил обобщить современные представления о криогелях как эффективных материалах для очистки водных растворов. Особое внимание было уделено изучению структуры криогелей, их пористости, химической природы поверхности и методам модификации, направленным на повышение сорбционной активности.

Было показано, что криогели, благодаря своей макропористой структуре и высокой специфической поверхности, являются перспективными сорбентами для удаления различных видов загрязнителей, включая ионы тяжёлых металлов, органические красители, нефтепродукты и фармацевтические вещества. При этом химическая модификация поверхности криогелей позволяет существенно повысить их селективность и эффективность по отношению к целевым загрязнителям.

Особое внимание в литературном обзоре уделялось рассмотрению методов физико-химической характеристики криогелей. Были проанализированы основные подходы, включая спектроскопию, рентгеноструктурный анализ, электронную микроскопию, термический анализ и методы определения удельной поверхности. Эти методы позволяют всесторонне охарактеризовать структуру, состав и свойства криогелей, что имеет ключевое значение для понимания механизмов сорбции.

Практическая часть дипломной работы была посвящена исследованию сорбции препарата ондастерона с использованием хитозановых криогелей, подвергнутых химической модификации растворами уксусной кислоты и ванилина. В процессе работы были изготовлены криогели, проведена их модификация, а затем осуществлены эксперименты по сорбции препарата из водных растворов.

Эксперименты показали, что модификация криогелей оказывает существенное влияние на их сорбционные характеристики. Наилучший результат был достигнут при использовании криогеля, обработанного раствором уксусной кислоты, эффективность удаления препарата с помощью которого составила 70,07%. Модификация ванилином также привела к увеличению сорбционной способности, но в меньшей степени — до 40,00%. Немодифицированный криогель продемонстрировал наименьшую эффективность — около 20,31%.

Данные результаты свидетельствуют о высокой значимости правильного выбора модифицирующего агента для улучшения сорбционных свойств криогелей. Было показано, что обработка кислотами способствует увеличению числа активных сорбционных центров и улучшению гидрофильности поверхности криогеля, что в совокупности приводит к существенному росту эффективности удаления фармацевтических загрязнителей из воды.

Научная новизна проделанной работы заключается в применении сравнительного подхода к изучению влияния различных химических модификаций криогелей на их сорбционные свойства в отношении конкретного фармацевтического препарата — ондастерона. Подобные исследования на сегодняшний день остаются крайне актуальными, учитывая растущее загрязнение водных экосистем фармацевтическими отходами и необходимость разработки новых эффективных методов их удаления.

Практическая значимость работы заключается в демонстрации возможности целенаправленного изменения сорбционных свойств криогелей путём их модификации доступными и недорогими реагентами. Использование уксусной кислоты и ванилина в качестве модифицирующих агентов показывает потенциал масштабируемого применения таких методов в системах водоочистки. Полученные результаты могут быть использованы для разработки новых типов сорбционных материалов для очистки питьевых и сточных вод, а также для дальнейших фундаментальных исследований в области сорбционной технологии.

Перспективными направлениями дальнейших исследований являются углублённое изучение механизмов взаимодействия модифицированных криогелей с различными загрязнителями, расширение спектра применяемых модифицирующих агентов и оптимизация условий подготовки сорбентов. Особый интерес представляет исследование стойкости криогелей к многократным циклам сорбции и десорбции, что является важным аспектом их промышленного применения.

Дополнительно следует провести тестирование сорбентов в более сложных водных матрицах, таких как сточные воды реальных промышленных предприятий, для оценки их эффективности в условиях множественного загрязнения. Исследование влияния параметров среды (рН, температуры, наличия конкурентных загрязнителей) на эффективность сорбции позволит более глубоко понять поведение модифицированных криогелей в реальных условиях эксплуатации.

Таким образом, выполненная нами дипломная работа продемонстрировала высокую эффективность химической модификации криогелей для повышения их сорбционных характеристик и заложила основу для дальнейших исследований в области создания эффективных и экологически безопасных сорбентов для очистки водных растворов.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Zhang et al., "Fabrication of porous cryogels for effective water purification: A review", 2021.
- 2 Lee & Kim, "Synthesis and characterization of Fe(III)-doped beta-cyclodextrin-grafted chitosan cryogel beads for adsorption of diclofenac in aqueous solutions: Adsorption experiments and deep-learning modeling", 2023.
- 3 Usman et al., "Development of nitrilotriacetic acid β -cyclodextrin-chitosan adsorbent for the removal of heavy metals and organic dyes from aqueous solutions", 2022.
- 4 Rahman & Nasir, "Incorporation of divalent calcium ions into crosslinked β -cyclodextrin-grafted chitosan hydrogel for the adsorption of pharmaceutical pollutants", 2022.
- 5 Xu et al., "Nanoparticle-modified cryogels for advanced water treatment applications", 2023.
- 6 Ivanova et al., "Silver and iron oxide nanoparticles immobilized in cryogels for antimicrobial water treatment", 2020.
- 7 Wang et al., "Silica-based cryogels with enhanced adsorption capacity for heavy metal removal", 2021.
- 8 Petrov et al., "Hybrid cryogels containing metal nanoparticles for combined adsorption and disinfection of water", 2019.
- 9 Baimenov et al., "Advances in Cryogel Technology: Properties and Applications", 2021.
- 10 Gun'ko et al., "Properties of cryogels and cryogels containing nanoparticles", 2018.
- 11 Kiryukhin et al., "Chitosan-based cryogels for biotechnological applications", 2020.
- 12 Lozinsky et al., "Cryostructuring of polymeric systems: 50 years of research", 2019.
- 13 Budtova et al., "Porous carbon cryogels derived from polysaccharides", 2020.
- 14 Shaplov et al., "Surface modification of cryogels for enhanced adsorption properties", 2019.
- 15 Zhang et al., "Cyclodextrin-modified cryogels for removal of organic pollutants", 2022.
- 16 Ivanov et al., "Nanocomposite cryogels reinforced with graphene oxide for water purification", 2021.
- 17 Chen et al., "Functionalized cryogels for heavy metal removal from wastewater", 2021.
- 18 Huang et al., "Aminated cryogels for anionic pollutant adsorption", 2020.
- 19 Liu et al., "Sulfonated cryogels for removal of organic dyes", 2019.
- 20 Wang et al., "Hydroxyl-modified cryogels for selective adsorption of polar contaminants", 2021.

- 21 Zhao et al., "Hybrid polymer-graphene cryogels for water purification", 2022.
- 22 Lee et al., "Mechanical reinforcement of cryogels by polymeric nanofibers", 2018.
- 23 Tran et al., "Thermally stable carbon-based cryogels for high-temperature applications", 2020.
- 24 Novikova et al., "FTIR Spectroscopy in Characterization of Functionalized Cryogels", 2021.
- 25 Sidorov et al., "XRD Analysis of Hybrid Cryogels Containing Metal Oxide Nanoparticles", 2020.
- 26 Pavlova et al., "BET Surface Area and Porosity Characterization of Cryogels", 2019.
- 27 Kim et al., "Thermal Stability of Cryogels Studied by TGA and DSC Methods", 2022.
- 28 Goncharov et al., "Electrochemical Properties of Conductive Cryogels", 2021.
- 29 Применение имидазолов, их свойства и реакция культур
<https://belhp.by/info/articles/primenenie-imidazolov-ikh-svoystva-i-reaktsiya-kultur/>
- 30 Имидазол большая российская энциклопедия
<https://bigenc.ru/c/imidazol-8d223c>
- 31 Имидазол <https://xumuk.ru/encyklopedia/1652.html>