



UDK: 541.49+ 546.562

Dilshoda AMANOVA,
Toshkent davlat tibbiyot universiteti Termiz filiali assistenti
E-mail: dilshodaamanova83@gmail.com
Zubaydabegim RADJABOVA,
O'zMU magistranti,
Solixa RIXSIBOYEVA,
O'zMU talabasi
Shaxlo DAMINOVA,
O'zbekiston Milliy universiteti professori, k.f.d

Kimyo fanlari doktori, professor Z.Kadirova taqrizi asosida

Cu(II) ATSETILATSETONATNING 2-AMINO-6-METILBENZOTIAZOL BILAN KOORDINATSION BIRIKMASINING SINTEZI VA TADQIQOTI

Annotatsiya

Mazkur ishda ligand 2-amino-6-metilbenzotiazol (2AMBT) bilan Cu(II) atsetilatsetonatning yangi koordinatsion birikmasi sintez qilindi va tavsiflandi. Sintez qilingan kompleks birikmaning tarkibi va tuzilishi element, infraqizil (IQ) va Raman spektroskopiya usullari, shuningdek differensial-termik (DTA) tahlillar yordamida o'rganildi. Olingan natijalar ligandning koordinatsiyalanish xususiyati hamda metall ionining tabiiati kompleks birikmaning tuzilishi va fizik-kimyoviy xossalari sezilarli ta'sir ko'rsatishini ko'rsatdi. Tadqiqot natijalari Cu(II) koordinatsion birikmalarining tuzilishini aniqlash va ularning termik barqarorligini baholashda muhim ilmiy ahamiyatga ega.

Kalit so'zlar: koordinatsion birikma, 2-amino-6-metilbenzotiazol, Cu(II) atsetilatsetonat, IQ-spektroskopiya, Raman spektroskopiya, termogravimetriya.

СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ КООРДИНАЦИОННОГО СОЕДИНЕНИЯ Cu(II) АЦЕТИЛАЦЕТОНАТА С 2-АМИНО-6-МЕТИЛБЕНЗОТИАЗОЛОМ

Аннотация

В данной работе синтезировано и охарактеризовано новое координационное соединение ацетилацетоната меди(II) с лигандом 2-амино-6-метилбензотиазолом (2AMBT). Состав и строение полученного комплексного соединения были изучены с использованием элементного анализа, инфракрасной (ИК) и рамановской спектроскопии, а также методов дифференциально-термического анализа (DTA). Полученные результаты показали, что координационные свойства лиганда, а также природа иона металла оказывают существенное влияние на структуру и физико-химические свойства комплексного соединения. Результаты исследования имеют важное научное значение для установления строения координационных соединений Cu(II) и оценки их термической устойчивости.

Ключевые слова: координационное соединение, 2-амино-6-метилбензотиазол, ацетилацетонат Cu(II), ИК-спектроскопия, Раман спектроскопия, термогравиметрия.

SYNTHESIS AND INVESTIGATION OF THE COORDINATION COMPOUND OF Cu(II) ACETYLACETONATE WITH 2-AMINO-6-METHYLBENZOTHIAZOLE

Annotation

In this work, a new coordination compound of Cu(II) acetylacetonate with the ligand 2-amino-6-methylbenzothiazole (2AMBT) was synthesized and characterized. The composition and structure of the synthesized complex were investigated using elemental analysis, infrared (IR) and Raman spectroscopy, as well as differential thermal analysis (DTA). The obtained results demonstrated that the coordination behavior of the ligand and the nature of the metal ion significantly influence the structure and physicochemical properties of the complex compound. The findings of this study are of considerable scientific importance for elucidating the structural features of Cu(II) coordination compounds and evaluating their thermal stability.

Keywords: coordination compound, 2-amino-6-methylbenzothiazole, Cu(II) acetylacetonate, IR spectroscopy, Raman spectroscopy, thermogravimetric analysis.

Kirish. Atsetilatsetonat va uning 3d metallar bilan helat komplekslari o'rganilgan bo'lib, ilmiy tadqiqot maqsadida va sanoatda keng qo'llaniladi. Ushbu birikmalar ketoiminlar, tioketonlar va turli geterotsiklik birikmalarni sintez qilishda, polimer texnologiyasida, gomogen va geterogen katalizatorlar ishlab chiqarishda substrat sifatida, lazer texnologiyasida, parfyumeriya va kosmetika sanoatida, havo ifloslanishini monitoring qilishda, tibbiyotda dori vositalari sifatida hamda atrof-muhitni muhofaza qilishda, masalan, oqava suvlardan metall ionlarini xelatlashda keng qo'llaniladi [1-5]. Shu sababli metall atsetilatsetonatlarining turli funksional guruhlar saqlagan polidentat organik ligandlar sinflari bilan yangi kompleks birikmalarni sintez qilish, ularning xossalari va tuzilishini o'rganish katta ahamiyatga ega.

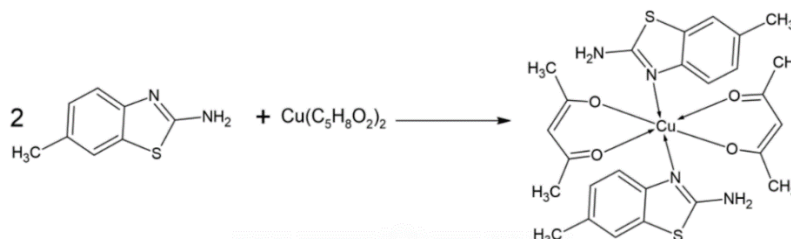
Tiazol tutgan ayrim hosilalar o'smaga qarshi vositalar hisoblanadi [6], yuqori darajadagi antimikrob xususiyatlarga ega va ba'zi birikmalar saraton hujayralariga nisbatan faollik ko'rsatadi [7]. Tiazol asosidagi hosilalar Co(II), Ni(II), Cu(II) va Zn(II) kabi 3d metallar ionlari bilan komplekslar hosil qila oladi va bu ularning farmatsevtik qo'llanilishiga zamin yaratadi [8-10]. Benzotiazol

va ularning metall komplekslarini o'z ichiga olgan organik birikmalar optik, biologik va farmatsevtik ahamiyatga ega bo'lib, elektrolyuminescent qurilmalar, DNK uchun lyuminescent zondlar [11], korroziya ingibitorlari, anesteziq va dorilar sifatida keng qo'llaniladi [12-16]

Biologik jihatdan muhim reagent sifatida 2-amino-6-metilbenzotiazol va uning hosilalari mahalliy anesteziq ta'siri aniqlangan.

Adabiyotlarni tahlil qilish asosida Co(II), Ni(II), Cu(II) va Zn(II) atsetilatsetonatlarining 2-amino-6-metilbenzotiazol bilan aralash ligandli komplekslarining sintezi haqida ma'lumotlar mavjud emasligi aniqlandi. Shu sababli Cu(II) atsetilatsetonatining 2-amino-6-metilbenzotiazol bilan kompleks birikmalarini sintez qilish va ularning tarkibi, tuzilishi, xususiyatlarini fizik-kimyoviy tahlil usullari yordamida o'rganishni o'z oldimizga maqsad qilib qo'ydik.

Tadqiqot obyektlari va usullari. Kimyoviy reagentlar Cu(II) atsetilatsetonat ($\text{Cu}(\text{acac})_2$) va ligand 2-AMBT *Sigma-Aldrich* korxonasiidan sotib olindi va ular qo'shimcha tozalashsiz ishlatildi.



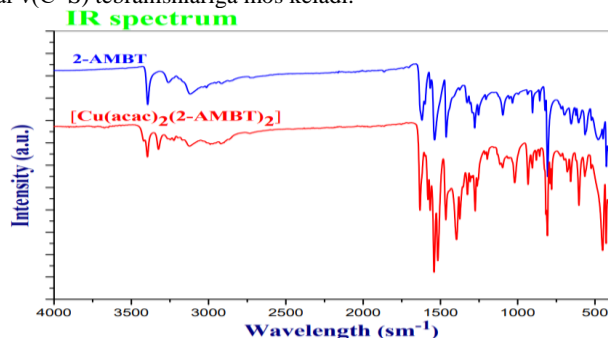
Kompleks $[\text{Cu}(\text{acac})_2(2\text{-AMBT})_2]$ ning sintezi. 0,0262 g $\text{Cu}(\text{acac})_2$ (0,1 mmol) 5 ml 96% li etanolda ultratovushli hammomda 40°C haroratda 10 daqiqa davomida qattiq faza to'liq yo'qolguncha eritildi. Hosil bo'lgan eritma ustiga doimiy aralashtirib turgan holda 0,0328 g 2-AMBT ning (0,0002 mol) 5 ml 96% li etanoldagi eritmasi tomchilab qo'shildi. Reaksiya davomida havoni rangli eritmaning to'q yashil ranggacha o'zgarishi kuzatildi. Ushbu reaksiya aralashma og'zi yopilgan holda 24 soat davomida xona haroratida magnitli aralashtirgichda aralashtirildi. Shundan so'ng eritma sekin bug'latishga qo'yildi. Hosil bo'lgan yashil rangli kristallar etanolda bir necha marta yuvildi va hamda doimiy massa hosil bo'lguncha quritildi. Reyaksiya tenglamasi quyidagicha:

Sintez qilingan kompleks suv, spirt, benzolda erimaydi, atsetonda oz, CCl_4 , DMFA, DMSO larda yaxshi eriydi.

Sintez qilingan kompleks birikmaning tarkibi element tahlili yordamida aniqlandi. Birikmaning IQ yutilish spektrlari 400-4000 cm^{-1} oralig'ida ZnSe asosli olmos kristalli universal ATR (NPVO) pristavkali spektrometrdagi (Spectrum Two, Perkin Elmer (AQSh)) qayd etildi. Raman spektrlari Horiba MacroRam spektrometrida (Yaponiya) 100-3400 cm^{-1} spektral diapazonda olindi; ushbu qurilma CCD detektor, 785 nm lazer va 0-450 mVt quvvat oralig'iga ega. Termik xossalari SDT 650 (TA Instruments, AQSh) derivatografida o'rganildi. Tajribalar inert azot muhitida 50 ml/min oqim tezligida, 20-900 °C harorat oralig'ida, 20 K/min isitish tezligida o'tkazildi.

Olingan natijalar tahlili.

Sintez qilingan $[\text{Cu}(\text{acac})_2(2\text{-AMBT})_2]$ kompleks birikmasida ligandlarning metall ioni bilan bog'lanish mexanizmini aniqlash maqsadida erkin 2-amino-6-metilbenzotiazol (2-AMBT) va kompleksning FT-IR spektrlari o'zaro taqqoslab tahlil qilindi (1-rasm). Erkin 2-AMBT ligand spektrida 3300-3200 cm^{-1} atrofida kuzatiluvchi intensiv polosalar amin guruhining $\nu(\text{N-H})$ tebranishlariga tegishli bo'lib, benzotiazol halqasidagi $\nu(\text{C=N})$ tebranishlari esa 1600-1580 cm^{-1} sohada qayd etildi. Shuningdek, 700-750 cm^{-1} atrofida polosalar $\nu(\text{C-S})$ tebranishlariga mos keladi.



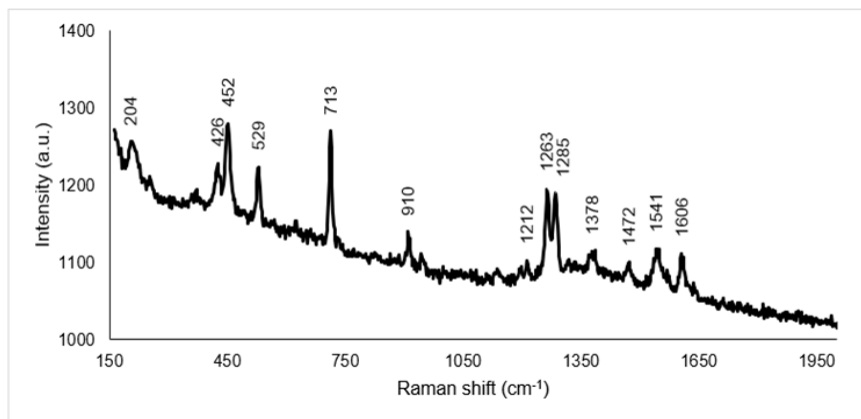
1-rasm. Ligand 2-AMBT va $[\text{Cu}(\text{acac})_2(2\text{-AMBT})_2]$ ning IQ spektri

Kompleks birikmaning FT-IR spektrida erkin ligand spektriga nisbatan bir qator muhim o'zgarishlar kuzatildi. Xususan, $\nu(\text{C=N})$ polosasi past chastotalar tomonga siljishi ligand tarkibidagi azot atomining Cu(II) ioni bilan koordinatsiyaga kirishganini ko'rsatadi. Bu holat 2-AMBT ligandining monodentat tarzda azot atomi orqali metall markaziga bog'langanini tasdiqlaydi. Kompleks spektrida 1550-1530 cm^{-1} va 1420-1400 cm^{-1} sohalarida kuzatilgan xarakterli polosalar atsetilatsetonat anionining $\nu(\text{C=O})$ va $\nu(\text{C-C})$ tebranishlariga tegishli bo'lib, ularning chastota siljishi atsetilatsetonat ligandlarining bidentat O,O'-koordinatsiya orqali Cu(II) ioni bilan bog'langanini ko'rsatadi. Bu ma'lumot atsetilatsetonat ionlarining xelat halqa hosil qilishini tasdiqlaydi. Shuningdek, kompleks spektrining past chastota sohasida (550-400 cm^{-1}) yangi polosalar paydo bo'lishi $\nu(\text{Cu-N})$ va $\nu(\text{Cu-O})$ tebranishlariga mansub bo'lib, metall-ligand bog'lanishlarining shakllanganini yaqqol isbotlaydi.

FT-IR spektrlarining taqqoslama tahlili natijalariga ko'ra, Cu(II) ioni ikki molekula atsetilatsetonat bilan bidentat, hamda ikki molekula 2-AMBT ligandining azot atomlari orqali monodentat bog'lanib, oktaedr geometrik tuzilishga ega bo'lgan $[\text{Cu}(\text{acac})_2(2\text{-AMBT})_2]$ kompleks birikmasi hosil qilgani aniqlandi.

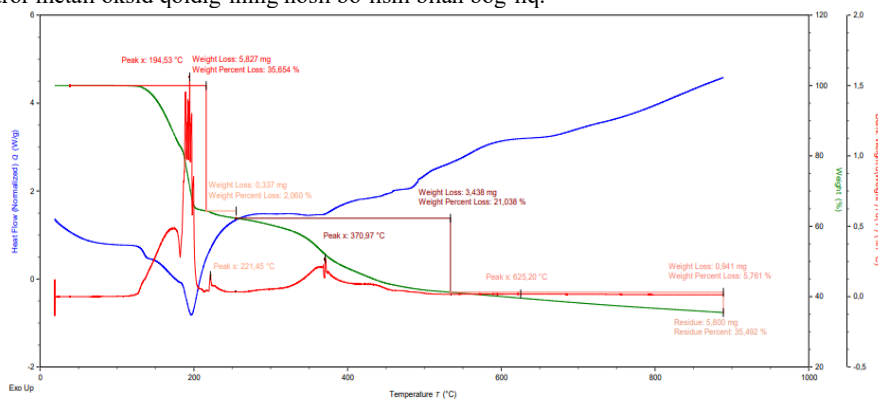
IQ-spektroskopiya tahlili natijalarini to'ldirish maqsadida tekshirilayotgan birikmaning Raman spektri 150-2000 cm^{-1} soha oralig'ida qayd etildi (2-rasm). Kompleks $[\text{Cu}(\text{acac})_2(2\text{-AMBT})_2]$ ning Raman spektri ligandning spektri bilan taqqoslanganda uning spektrida, ayniqsa past chastotali sohada sezilarli o'zgarishlar kuzatildi. Ushbu o'zgarishlar ligand va kompleks molekularida elektron zichlikning qayta taqsimlanishi bilan bog'liqdir. Spektdda bir qator aniq va intensiv tebranish chiziqlari

kuzatilib, ular ligand va metall-ligand o'zaro ta'sirlarini tasdiqlaydi. Spekrtda 529 cm^{-1} da kuzatilgan intensiv signal Cu-O bog'larining tebranishlariga mos keladi bo'lib, bu atsetilatsetonat ligandining Cu(II) ioniga kislorod atomlari orqali koordinatsiyalanganligini ko'rsatadi. 452 cm^{-1} da qayd etilgan intensiv pik hamda 426 cm^{-1} da kuzatilgan yelka shaklidagi signal Cu-O asimmetrik tebranishlari va Cu-N bog'larining qisman ustma-ust tushishi bilan izohlanadi. Ushbu holat kompleks birikmada turli donor atomlar (O va N) ishtirokida koordinatsiya yuz berayotganligini tasdiqlaydi hamda koordinatsion muhitning nosimmetrikliligini ko'rsatadi. 204 cm^{-1} da aniqlangan kam intensiv pik Cu-N bog'larining past chastotali tebranishlariga mos keladi va 2-amino-6-metilbenzotiazol ligandining azot donor atomi orqali metall ioniga koordinatsiyalanganligini tasdiqlaydi. 713 cm^{-1} da kuzatilgan intensiv signal ligand skeletiga xos ichki tebranishlar (C-S va C-N bog'lari) bilan bog'liq bo'lib, ligandlarning kompleks tarkibida strukturaviy barqarorligini saqlab qolganligini ko'rsatadi. Olingan Raman spektroskopik ma'lumotlar kompleks birikmada aralash O,N-koordinatsiya mavjudligini ishonchli tarzda tasdiqlaydi.



2-rasm. $[\text{Cu}(\text{acac})_2(2\text{-AMBT})_2]$ ning Raman spektri

Termik tahlil metall komplekslarining tuzilishi va xossalarini o'rganishda muhim ahamiyat kasb etadi. Olingan kompleks birikmaning termogrammasida tahlil qilinganda, kompleksning parchalanishi bir necha bosqichda sodir bo'lishi aniqlandi. Dastlabki massaning sezilarli kamayishi $150\text{--}220^\circ\text{C}$ oralig'ida bo'lib, ushbu bosqichda 35.65% massaning (5.827 mg) yo'qolishi qayd etildi. Mazkur bosqich DTA egri chizig'ida 195.5°C da kuzatilgan endotermik effekt bilan mos keladi va bu holat kompleks tarkibidagi adsorbsiyalangan yoki kristallizatsion suv molekularining ajralishi, shuningdek, eng zaif bog'langan organik fragmentlarning parchalanishi bilan izohlanadi (3-rasm). Keyingi parchalanish bosqichi $200\text{--}270^\circ\text{C}$ harorat oralig'ida sodir bo'lib, ushbu bosqich 2% (0.337 mg) massa yo'qotilishi bilan tavsiflanadi. DTG egri chizig'ida 221.45°C va 370.97°C atrofida kuzatilgan ekzoefektlar jarayonning ketma-ket va bosqichma-bosqich kechayotganligini ko'rsatadi. Mazkur bosqich ligandlarning qisman termik degradatsiyasi bilan bog'liq bo'lishi mumkin. Uchinchi asosiy parchalanish bosqichi $350\text{--}550^\circ\text{C}$ harorat oralig'ida kuzatilib, bu bosqichda 21.04% (3.438 mg) massa yo'qotiladi. Ushbu jarayon ligand skeletining to'liq parchalanishi bilan izohlanadi. Yuqori haroratlarda, ya'ni $600\text{--}850^\circ\text{C}$ oralig'ida esa nisbatan kichik massa yo'qotilishi (0.941 mg yoki 5.76%) qayd etilib, bu holat barqaror metall oksid qoldig'ining hosil bo'lishi bilan bog'liq.



3-rasm. $[\text{Cu}(\text{acac})_2(2\text{-AMBT})_2]$ ning derivatogrammasi

Termik analiz natijalari tekshirilayotgan kompleksning ko'p bosqichli parchalanish mexanizmiga ega ekanligini ko'rsatadi. Past haroratlarda suv molekularining ajralishi, o'rta haroratlarda ligandlarning termik degradatsiyasi va yuqori haroratlarda barqaror metall oksid hosil bo'lishi kuzatiladi. Olingan natijalar kompleksning tarkibi va tuzilishini tasdiqlovchi muhim dalil bo'lib xizmat qiladi.

Xulosa. Cu(II) atsetilatsetonatning 2-amino-6-metilbenzotiazol bilan yangi kompleks birikmasi sintez qilindi. Sintezi qilingan birikmaning IQ- va Raman-spektrlari tahlili natijalariga ko'ra, metall-kompleks tuzilishda geteroalqa tarkibidagi endo-azot atomlari funksional guruhlarning koordinatsiyalanishda faol ishtirok etishi aniqlandi. Shuningdek, ligand spektrlarida uchramagan o'ziga xos metall-azot va metall-kislorod bog'larining kuzatilishi kompleks birikma hosil bo'lganligini tasdiqlaydi. Sintezi qilingan moddaning termik barqarorligi termogravimetriya yuzi yordamida baholandi. Natijada endo- va ekzoefektlar aniqlanib, termik destruksiya mahsulotlari identifikatsiya qilindi. Kompleks birikmaning termik parchalanishi bir necha bosqichda amalga oshib, molekulaning organik qismining yonishi, tuzning parchalanishi, parchalanish mahsulotlarining oksidlanishi hamda yakuniy mahsulot sifatida metall oksidining hosil bo'lishi bilan tavsiflanishi ko'rsatildi.

ADABIYOTLAR

1. Włodzimierz Urbaniak, Katarzyna Jurek, Katarzyna Witt, Andrzej Gora, czko, Properties and application of diketones and their derivatives, *Chemik* 65 (4) (2011) 273-282.
2. Sukdeb Saha, Ilya Rozenberg, N. Gabriel Lemcoff, Synthesis of furanyl bDiketone-based heteroleptic iridium(III) complexes and studies of their photo-luminescence properties, *Z. Anorg. Allg. Chem.* 641 (14) (2015) 2460-2465.
3. R. Afzali, M. Vakili, E. Boluri, S.F. Tayyari, A.-R. Nekoei, M. Hakimi-Tabar, V. Darugar, Structure, isomerism, and vibrational assignment of aluminumtrifluoroacetylacetonate. An experimental and theoretical study, *Spectrochim. Acta Mol. Biomol. Spectrosc.* 190 (2018) 15-22.
4. Hu X. et al. Surface chemistry of copper metal and copper oxide atomic layer deposition from copper (ii) acetylacetonate: a combined first-principles and reactive molecular dynamics study // *Physical Chemistry Chemical Physics*. – 2015. – T. 17. – №. 40. – C. 26892-26902.
5. S. et al. Molecular structure, spectroscopic studies, and copperoxygen bond strength of α -methyl and α -ethyl derivatives of copper (II) acetylacetonate; Experimental and theoretical approach // *Journal of Molecular Structure*. – 2018. – T. 1160. – C. 107-116.
6. N. Allard, S. Beaupre, B.R. Aïch, A. Najari, Y. Tao, M. Leclerc, Synthesis and characterization of new poly(thieno[3,4-d]thiazole) derivatives for photovoltaic applications, *Macromolecules* 44 (2011) 7184-7187.
7. Gul Z. et al. Synthesis, molecular structure, anti-microbial, anti-oxidant and enzyme inhibition activities of 2-amino-6-methylbenzothiazole and its Cu (II) and Ag (I) complexes // *Journal of Molecular Structure*. – 2020. – T. 1199. – C. 126956.
8. Xhanari K. et al. 2-Amino-6-methylbenzothiazole as corrosion inhibitor for low carbon steel in acidic solution: Experimental and theoretical studies // *Results in Chemistry*. – 2025. – T. 13. – C. 101922.
9. R.R. Zaky, T.A. Yousef, Spectral, magnetic, thermal, molecular modelling, ESR studies and antimicrobial activity of (E)-3-(2-(2-hydroxybenzylidene)hydrazinyl)-3-oxo-n(thiazole-2-yl)propanamide complexes, *J. Mol. Struct.* 1002 (2011) 76-85.
10. Hanif M. et al. Schiff Bases Derived from 2-Amino-6-methylbenzothiazole, 2-Amino-5-chloropyridine and 4-Chlorobenzaldehyde: Structure, Computational Studies and Evaluation of Biological Activity // *ChemistrySelect*. – 2022. T. 7. – №. 38. – C. 202203386.
11. E. Khan, Z. Gul, A. Shahzad, S.M. Jan, F. Ullah, M.N. Tahir, A. Noor, Coordination compounds of 4,5,6,7-tetrahydro-1H-indazole with Cu(II), Cu(II) and Ag(I): structural, antimicrobial, antioxidant and enzyme inhibition studies, *J. Coord. Chem.* 70 (2017) 4054-4069.
12. G.Y. Nagesh, K. Mahendra Raj, B.H.M. Mruthumjayaswamy, Synthesis, characterization, thermal study and biological evaluation of Cu(II), CO(II), Ni(II) and Zn(II) complexes of Schiff base Ligand containing thiazole moiety, *J. Med. Chem.* 1079 (2015) 423-432.
13. Kirubavathya S. J. et al. Co (II) complex of 2-amino-6-methylbenzothiazole: Synthesis, structure and biological evaluation // *Indian Journal of Chemistry*. – 2016. – T. 55. – C. 1297-1304.
14. Patel N. B., Shaikh F. M. New 4-thiazolidinones of nicotinic acid with 2-amino-6-methylbenzothiazole and their biological activity // *Scientia pharmaceutica*. – 2010. – T. 78. – №. 4. – C. 753.
15. Siddikova K. et al. Synthesis, crystal structure and Hirshfeld surface analysis of bis (acetylacetonato- κ 2O, O')(2-amino-1-methyl-1H-benzimidazole- κ N3) copper (II) // *Structure Reports*. – 2025. – T. 81. – №.
16. M. Grus, B. Therien, G.S. Fink, A. Casini, F. Edate, P.J. Dyson, Anticancer activity of new organo-Ruthium, Rodium and Iridium complexes containing the 2- (pyridene-2-yl)thiazole N,N-chelating ligands, *J. Organomet. Chem.* 695 (2010) 1119-1125.