



UO'T: 546.562;547.79-814

Lobarxon RO'ZIMOVA,
Xorazm Ma'mun akademiyasi tayanch doktoranti
E-mail: lobarr983@gmail.ru
Matluba YADGAROVA,
Xorazm Ma'mun akademiyasi tayanch doktoranti
Oybek XUDOYBERGANOV,
Xorazm Ma'mun akademiyasi katta ilmiy xodimi

Urganch davlat universiteti dotsenti, k.f.n Y.Taxirov taqrizi asosida

SYNTHESIS AND IR SPECTROSCOPIC ANALYSIS OF THE COORDINATION COMPLEX OF COPPER (II) ION WITH SULFAMETHOXAZOLE

Annotation

In this study, the synthesis methods of coordination complexes of sulfamethoxazole with Cu(II) salts were investigated, and their structures were examined using physicochemical analysis techniques. The structure of the synthesized complexes was analyzed through elemental analysis, SEM-EDX, and IR spectroscopy. Based on the IR spectroscopic data, the coordinating groups of the selected ligand and the shifting peaks of functional groups were examined to confirm the formation of coordination complexes. The results indicated that sulfamethoxazole predominantly acts as a bidentate ligand (and in some cases as a monodentate ligand) during coordination. **Key words:** Sulfamethoxazole (SMX), Cu(II) chloride, coordination compounds, synthesis, analysis, elemental analysis, SEM-EDX, IR spectroscopy analysis, structural analysis.

СИНТЕЗ КОМПЛЕКСНОГО СОЕДИНЕНИЯ ИОНА МЕДИ (II) С СУЛЬФАМЕТОКСАЗОЛОМ И ЕГО ИК-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Аннотация

В данной статье исследованы методы синтеза координационных соединений сульфаметоксазола с солями меди (II), а также изучена их структура с использованием физико-химических методов анализа. Структура синтезированных комплексных соединений была проанализирована с помощью элементного анализа, SEM-EDX и ИК-спектроскопии. На основе данных ИК-спектроскопического анализа были изучены координирующие группы выбранного лиганда и сдвиги характеристических пиков функциональных групп, что подтвердило образование координационного соединения. По результатам анализа установлено, что сульфаметоксазол в основном участвует в координации как бидентатный лиганд (в отдельных случаях — как монодентатный).

Ключевые слова: Сульфаметоксазол (SMX), хлорид меди (II), Координационные соединения, синтез, анализ, элементный анализ, СЭМ-ЭДС (сканирующая электронная микроскопия с ЭДС), ИК-спектроскопический анализ, структурный анализ.

MIS(II) IONINING, SULFOMETAKSAZOL BILAN KOMPLEKS BIRIKMASI SINTEZI VA IQ-SPEKTROSKOPIYA TAHLILI

Annotatsiya

Ushbu maqolada sulfometaksazolning Cu(II) tuzlari bilan, kompleks birikmalarini sintez qilish usullari o'rganilib chiqildi va ularning tuzilishi fizik-kimyoviy tadqiqot usullari yordamida o'rganildi. Sintez qilingan kompleks birikmalar tuzilishi element analizi, SEM-EDX, IQ-spektroskopiya tahlili usullari yordamida analiz qilindi. IQ-spektroskopiya tahlillari asosida tanlangan ligandning bog'lanuvchi guruhlar hamda funksional guruhlarining siljish cho'qqilari o'rganilib, koordinatsion birikma hosil bo'lganligi tahlil qilindi. Sulfometaksazol asosan bidentat ligand sifatida (ayrim hollarda monodentat ligand sifatida) koordinatsiyalanishda ishtirok etishi tahlillar natijasiga ko'ra aniqlandi.

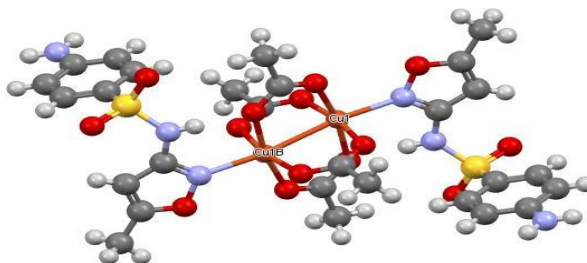
Kalit so'zlari: Sulfometaksazol (SMX), Cu(II) xlorid, koordinatsiya birikmalari, sintez, analiz, element analiz, SEM-EDX, IQ-spektroskopiya tahlili, strukturaviy tahlil.

Kirish. Ushbu maqolada kompleks birikmalar kimyosining yangi yo'nalishlaridan bo'lgan biofaol ligand (SMX) bilan 3d metallaridan hisoblangan misning koordinatsion birikmalari sintezi va ularning fizik-kimyoviy metodlar bilan tahlili haqida ma'lumotlar berilgan. Sulfometaksazol (4-amino-N-(5-metil-1,2-oksazol-3-il)benzensulfonamid) sulfonamid guruhiga mansub keng spektrli antibakterial preparat bo'lib, ko'plab mikroorganizmlarga qarshi samarali ta'sir ko'rsatadi. Sulfonamid hosilalari zamonaviy farmatsevtika, biokimyo va tibbiyotda keng qo'llaniladi. So'nggi yillarda ushbu organik birikmalarni o'rganish jarayonida ularni turli 3d metal ionlari bilan kompleks birikmalar holida sintez qilish va ularning yangi xossalari aniqlashga qiziqish ortib bormoqda.

Mis(II) ionlari (Cu^{2+}) turli xil organik ligandlar bilan barqaror kompleks hosil qilish xususiyatiga ega bo'lib, bunday kompleks birikmalar biologik faolligi, antibakterial va antimikrob xususiyatga ega ekanligi bilan ajralib turadi. SMX ning, Cu(II) tuzlari bilan kompleks hosil qilishi uning antibakterial ta'sirini kuchaytirishi va yangi farmatsevtik vositalar ishlab chiqishda amaliy ahamiyatga ega ekanligini ko'plab adabiyot manbalaridan olingan ma'lumotlar asosida aytish mumkin. Sulfometaksazolning mislik koordinatsion birikmasi eritma muhitida sintez qilindi va tuzilishi bir necha kimyoviy usullar yordamida tahlil qilindi.

Masalan, yangi olingan koordinatsion birikma tuzilishi IQ-spektroskopiya tahlili yordamida chuqur tahlil qilinib, Cu–O va Cu–N atomlari o'rtasida koordinatsion bog'lanish hosil bo'lganligi ko'rsatib berildi. Tadqiqotning asosiy maqsadi-sulfometaksazolning, mis(II) tuzlari bilan kompleks birikmalarini sintez qilish va ularning tuzilishini fizik-kimyoviy tahlil usullari asosida o'rganishdan iborat.

Mavzuga oid adabiyotlar tahlili. Sulfometaksazol (SMX) - sulfonamidlar sinfiga mansub keng ta'sir doirasiga ega antibakterial preparat bo'lib, uning tarkibida faol koordinatsiyalanuvchi guruhlar - aminoguruh (-NH₂), sulfonil (-SO₂NH) va geterosiklik halqa mavjud. So'nggi yillarda ushbu birikmaning turli metall ionlari bilan koordinatsion komplekslar hosil qilishi va ularning fizik-kimyoviy, spektral hamda biologik xossalarini o'rganishga qiziqish ortib bormoqda. L.de L.Marques, E.S.Lang, H.Fenner, E.E.Castellanolar tomonidan SMX ning mis metali bilan biyadroli koordinatsion birikmasi sintez qilingan va molekulasining tuzilishi o'rganilgan.



1-rasm. SMX ning mis metali bilan sintezlangan biyadroli koordinatsion birikmasi molekulasining tuzilishi

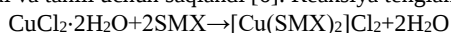
El-Sherif va hammualliflarining (2010) olib borgan tadqiqotlarida sulfometaksazolning Cu(II), Zn(II), Ni(II) va Co(II) ionlari bilan komplekslari sintez qilinib, ularning tuzilmalari IR, UV-Vis, ESR va element analiz orqali o'rganilgan. Ular tomonidan kuzatilgan IR-spektroskopik ma'lumotlar asosida ligandning SO₂ va NH₂ guruhlarini orqali koordinatsiyalashuvi tasdiqlangan hamda ushbu komplekslarning biologik faolligi erkin ligandga nisbatan ancha yuqori ekanini aniqlangan [1].

Shuningdek, Salam va boshqalarning tadqiqotida (2015) sulfometaksazol asosida sintez qilingan metall komplekslarining termal turg'unligi va spektral xossalari TGA, DSC, IR-spektroskopiya yordamida baholangan. Tahlil natijalariga ko'ra, koordinatsiya jarayonida ligand asosan bidentat tarzda bog'lanib, metall ion bilan cheklangan geometrik tuzilma hosil qiladi. Bu holat IR-spektrda 1120–1140 cm⁻¹ atrofida SO₂ guruhiga tegishli tebranish chiziqlarining siljishi orqali isbotlangan [2].

Boshqa manbalarda ham, [3] SMX ning turli 3d metall ionlari bilan komplekslari sintez qilinib, ularning antibakterial va antifungal xossalari tahlil qilingan. Koordinatsiya natijasida sulfometaksazol molekulasining elektron zichligi o'zgarib, biologik faolligi sezilarli darajada ortgani ta'kidlanadi. Ayniqsa, Cu(II) va Ag(I) asosidagi komplekslar yuqori faollik ko'rsatgani sababli bioorganik kimyo va dori moddalari dizayni uchun istiqbolli deb topilgan. Ushbu adabiyotlar tahlili shuni ko'rsatadiki, sulfometaksazolning metall ionlari bilan koordinatsion birikmalari nafaqat struktura va spektral jihatdan muhim, balki farmakologik ahamiyatga ham ega. Aynan Cu(II) ioni bilan hosil qilgan komplekslar tuzilmasining IQ-spektroskopik o'zgarishlari va biologik faolligi haqida ma'lumotlar ayniqsa dolzarb hisoblanadi.

Tadqiqot metodologiyasi. Dastlab, sintez uchun zarur bo'lgan moddalar va idishlar yig'ib olinadi. Masalan, CuCl₂·2H₂O, C₁₀H₁₁N₃O₃S (sulfometaksazol), etanol yoki dimetilformamid (DMF), NaOH, distillangan suv va kimyoviy idishlar.

[Cu(SMX)₂]Cl₂ tarkibli kompleks birikma sintezi quyidagicha amalga oshirildi [4,5]. Kompleks hosil qilish uchun, ligand sifatida olingan sulfometaksazoldan 0,002 mol olinib, alohida idishda 20 ml etanol (yoki DMF)da eritilib, to'liq eriguncha magnitli aralashtirgich yordamida aralashtirilib, to'yingan eritmasi tayyorlab olinadi. Keyingi bosqichda, 0,001 mol CuCl₂·2H₂O dan o'lachab olinib, 20 ml distillangan suvda eritildi. Ikkala eritma yengil qizdirilgan holda (40–50°C) tomchi-tomchi qilib aralashtirildi. Eritma pH ≈ 6,5–7 atrofida ushlab turildi. Aralashma 2–3 soat davomida doimiy aralashtirish ostida reaksiyaga kiritildi. Hosil bo'lgan cho'kma sovutilib, filtrlab olindi va suv-etanol aralashmasida yuvildi. Cho'kma eksikator sharoitida 3 kun davomida quritildi va tahlil uchun saqlandi [6]. Reaksiya tenglamasini quyidagicha ifodalash mumkin.



Sintezlangan [Cu(SMX)₂]Cl₂ koordinatsion birikma tarkibi element analiz qilindi [7].

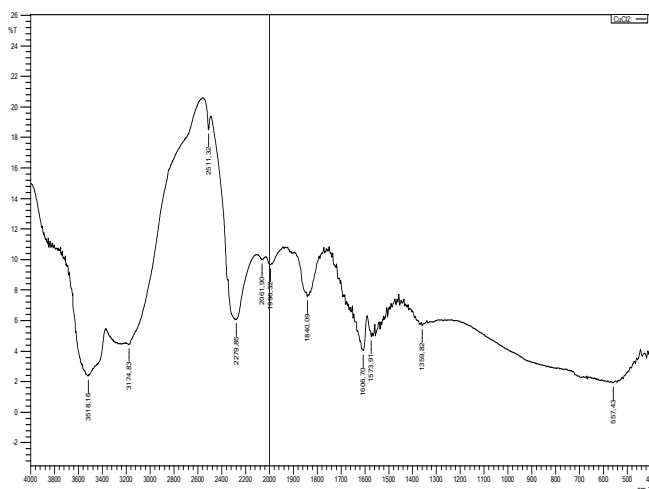
1-jadval

[Cu(SMX)₂]Cl₂ tarkibli koordinatsion birikma element analizi natijalari

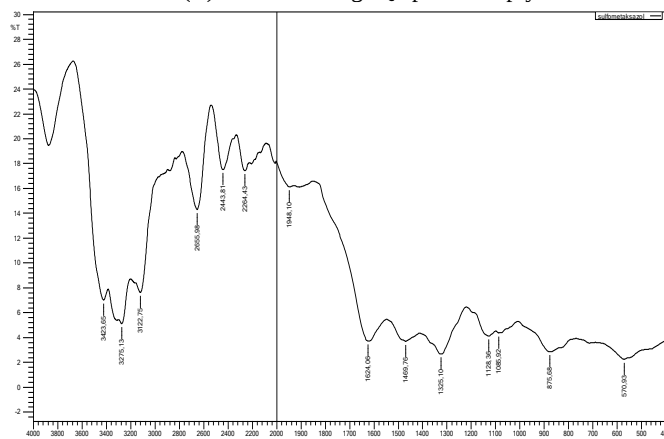
Koordinatsion birikma formulasi	Kimyoviy elementlar	Nazariy %	Amaliy %
[Cu(SMX) ₂]Cl ₂ Brutto formulasi: C ₂₀ H ₂₂ Cl ₂ CuN ₆ O ₆ S ₂ M=641,03 g/mol	C	37,47	37,03
	H	3,46	3,024
	Cl	11,06	10,6
	Cu	9,91	9,46
	N	13,11	12,64
	O	14,98	14,55
	S	10,01	9,63

Tahlil va natijalar. Dastlab sintezlangan kompleks birikma tarkibini o'rganish uchun IQ-spektroskopiya tahlili amalga oshirildi. Bunda birinchi bo'lib koordinatsion birikma tarkibiga kirgan komponentlar IQ-spektroskopiyasi olingan va sintez qilingan mahsulotning, IQ-spektroskopiyasi bilan taqqoslab, tegishli xulosalar olingan [8,9]. Mis(II) xlorid, sulfametoksazol va ular asosida sintez qilingan kompleks birikmasining IQ spektrlari tahlili qilindi va quyidagicha xulosa qilindi. Mis(II) xlorid (CuCl₂) spektrida 557 cm⁻¹ atrofida aniqlangan cho'qqi metallga xos koordinatsion tebranishlarga mos keladi. Bu cho'qqi Cu–O yoki Cu–Cl bog'lanishlarining tebranishlarini ifodalashi mumkin. Bundan tashqari, 1359–1606 cm⁻¹ oralig'ida paydo bo'lgan tebranishlar gidratlangan shakldagi CuCl₂ tarkibidagi suv molekulariga yoki noorganik asosli deformatsion harakatlarga bog'liq bo'lishi mumkin. Yuqori to'lqin sohasidagi 3518 cm⁻¹ cho'qqi esa suv molekulariga tegishli O–H valent tebranishlarini aks ettiradi.

Sulfametoksazol spektrida esa ancha boy va murakkab tebranishlar to'plami kuzatildi. 570 cm^{-1} atrofidagi cho'qqi sulfonil (SO_2) guruhining deformatsion tebranishlarini bildiradi,

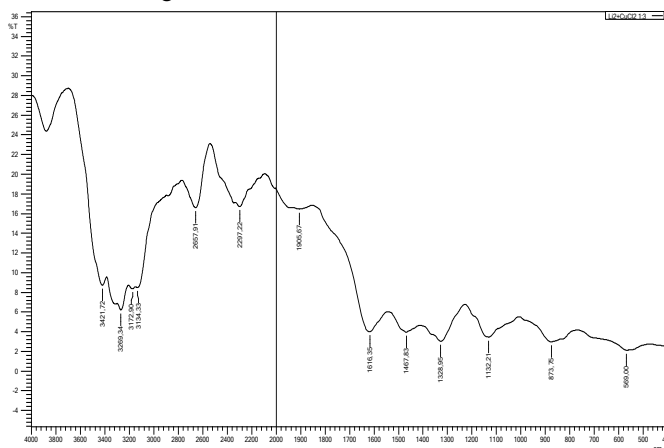


2-rasm. Mis(II) xlorid tuzining IQ-spektroskopiya tahlili



3-rasm. Sulfometaksazolning IQ-spektroskopiya tahlili

875 cm^{-1} cho'qqi esa aromatik C–H bog'ining tekislikdan tashqariga egilish tebranishlari harakatlariga mos keladi. 1085 va 1126 cm^{-1} da joylashgan kuchli cho'qqilar SO_2 guruhining asimmetrik va simmetrik valent tebranishlariga mos kelib, bu guruhlarning faol koordinatsion markaz ekanligini ko'rsatadi.



4-rasm. Sulfometaksazolning mis metalli bilan hosil qilgan $[\text{Cu}(\text{SMX})_2]\text{Cl}_2$ koordinatsion birikmasining IQ-spektroskopiya tahlili

C–N valent va amid N–H deformatsiyalari 1325 va 1469 cm^{-1} da qayd etilgan. 3122 – 3424 cm^{-1} oralig'idagi keng cho'qqilar spirtli yoki amidli –OH va –NH guruhlari mavjudligini hamda ularning vodorod bog'lanishlari hosil qilayotganini bildiradi. Komplek birikmaning IQ spektri yuqoridagi ikkala modda ishtirokida yuzaga kelgan strukturaviy o'zgarishlarni aniq namoyon etadi. 569 cm^{-1} da aniqlangan cho'qqi Cu(II) ioni bilan ligand (sulfametoksazol) o'rtasida yuzaga kelgan yangi Cu–O yoki Cu–N koordinatsion bog'lanishga mos keladi [10]. Bu pikning paydo bo'lishi va CuCl_2 spektridagi 557 cm^{-1} cho'qqidan sezilarli farqi kompleks hosil bo'lganidan dalolat beradi. Shuningdek, SO_2 guruhiga tegishli cho'qqi 1126 cm^{-1} dan 1132 cm^{-1} ga siljigan bo'lib, bu sulfonil kislorodi orqali Cu(II) bilan koordinatsiyalashuvni tasdiqlaydi. Xuddi shuningdek, amid guruhiga oid cho'qqi 1624

sm^{-1} dan 1616 sm^{-1} ga siljishi karbonil guruhining koordinatsiyada ishtirok etganini bildiradi. Kompleks spektrida 873 sm^{-1} atrofiga kuzatilgan C–H deformatsiyasi sulfametoksazolning aromatik halqasi spektrda saqlanib qolganini ko'rsatadi. 1328 sm^{-1} da kuzatilgan signal esa ehtimol C–N valent yoki amid N–H bukilish tebranishiga tegishli bo'lib, ligandning amin qismi ham koordinatsiyada ishtirok etgan bo'lishi mumkinligini bildiradi. CH valent tebranishlari 2657 sm^{-1} da qayd etilgan bo'lib, bu metil yoki metilen guruhlarining ishtirokini ko'rsatadi. Kompleks spektrida yuqori to'liqin sohasida $3124\text{--}3421 \text{ sm}^{-1}$ oralig'ida joylashgan keng cho'qqilar esa OH va NH guruhlarining vodorod bog'lanishli cho'zilish tebranishlariga mos keladi. Bu holat kompleksning ichki muhitida vodorod bog'larining mavjudligini bildiradi. Ushbu tahlil IQ spektrda kuzatilgan asosiy o'zgarishlar orqali Cu(II) ionining sulfametoksazol molekulasidagi sulfonil, karbonil va ehtimoliy amin guruhlar bilan koordinatsiyalanganini isbotlaydi. Koordinatsiyaga xos cho'qqilarning siljishi, yangi piklarning paydo bo'lishi hamda spektral intensivlikdagi farqlar bu kompleks birikma hosil bo'lish reaksiyasi muvaffaqiyatli amalga oshganini ko'rsatadi. Kompleks tarkibida asosiy ligand tuzilmasi saqlanib qolgan, lekin uning ayrim funksional guruhlar bevosita Cu(II) ioniga bog'langan. Vodorod bog'lanishlar va aromatik halqa ishtiroki kristall strukturaning ichki barqarorligiga hissa qo'shgan.

Xulosa va takliflar. Yuqoridagi, IQ spektr tahlillari asosida sulfometaksazol va mis(II) xlorid digidrat o'rtasida kompleks birikma hosil bo'lgani aniqlandi. Sulfometaksazol molekulasi o'zidagi sulfon guruhi ($-\text{SO}_2-$) dagi, kislorod atomi orqali va amino guruh (NH_2)dagi azot atomi orqali, Cu(II) ion bilan bog'langan. Sulfon guruhidagi vibratsion chiziqlarning joylashuvi va intensivligi o'zgarishi koordinatsion bog' hosil bo'lganini bildiradi. Cu–O yoki Cu–N atomlarning o'zaro bog'lanishidan IQ-spektroskopiya cho'qqilarida $\sim 400\text{--}600 \text{ sm}^{-1}$ oralig'ida siljishlar kuzatildi. Bu natija, to'g'ridan-to'g'ri kompleks hosil bo'lganini ko'rsatadi. $[\text{Cu}(\text{SMX})_2]\text{Cl}_2$ bu koordinatsion birikma molekulasi tarkibida sulfometaksazol bidentat ligand sifatida kirgan, xlor atomlari esa monodentat ligand sifatida qatnashib, tashqi sferadan joy olgan. Markaziy atom misning koordinatsion soni 6 ga teng bo'lib, sp^3d^2 holatda gibridlanganligini hamda koordinatsion birikma kvadrat geometriyaga ega ekanligi aniqlandi. Bu natija, SMX metall ionlari bilan barqaror komplekslar hosil qilishi mumkinligini ko'rsatadi va bunday birikmalar farmatsevtika sohasida, antibakterial vosita sifatida qo'llanilishi mumkin.

ADABIYOTLAR

1. El-Sherif, A.A. va boshqalar. Synthesis, characterization and antimicrobial activity of metal complexes of sulfamethoxazole // *Journal of Coordination Chemistry*. 2010.
2. M. A. Salam et al. Spectroscopic and thermal studies of some metal complexes of sulfamethoxazole // *Journal: Spectrochimica Acta Part A*.
3. Napolitano. Transition metal complexes of sulfonamide drugs: coordination modes and biological activity // *Journal: Coordination Chemistry Reviews*. 2008
4. L.de L.Marques, E.S.Lang, H.Fenner, E.E.Castellano. Synthesis and Characterization of $[\text{Hg}(\text{sulfamethoxazolato})_2] \cdot 2\text{DMSO}$ and $[\text{Cu}_2(\mu\text{-CH}_3\text{CO}_2)_4(\text{sulfamethoxazole})_2]$ // *Zeitschrift fur Anorganische und Allgemeine Chemie*, 2005, 631, P-745-748, DOI: 10.1002/zaac.200400443
5. Ai-Qiu Liao, Juan Wen, Jing-Chen Wei, Bing-Bing Xu, Nan Jin, Hong-Yu Lin, Xiu-Ying Qin. Syntheses, crystal structures of copper (II)-based complexes of sulfonamide derivatives and their anticancer effects through the synergistic effect of anti-angiogenesis, anti-inflammation, pro-apoptosis and cuproptosis // *European Journal of Medicinal Chemistry*, 2024, 280, 116954, DOI: 10.1016/j.ejmech.2024.116954
6. L.L.Marques, G.M.de Oliveira, E.S.Lang. Effects of Coordinating Solvents on the Supramolecular Assembling of Tectons arised from the Metallation of Sulfamethoxazole: Synthesis and Structural Characterization of Polymeric $[\text{Cd}(\text{sulfamethoxazolato})_2(\text{L})_2]_n$ {L = N,N-dimethylformamide (DMF); Dimethyl Sulfoxide (DMSO)} and $[\text{Cd}(\text{sulfamethoxazolato})_2(\text{Py})_2]_n \cdot n(\text{Py})$ (Py =pyridine) // *Zeitschrift fur Anorganische und Allgemeine Chemie*, 2006, 632, P-2310-2314. DOI: 10.1002/zaac.200600167
7. Shahnaz Rostamizadeh, Zahra Daneshfar, Hamid Moghimi. Synthesis of sulfamethoxazole and sulfabenzamide metal complexes; evaluation of their antibacterial activity // *European Journal of Medicinal Chemistry* 171 (2019)., P-364-371. <https://doi.org/10.1016/j.ejmech.2019.03.002>
8. Смит А. Прикладная ИК спектроскопия. М.: Мир, 1982. 328 с.
9. Преч Э. и др., Определение строения органических соединений (табл. спектральных данных) 2006. 441 с.
10. Беккера Ю. Спектроскопия. Техносфера, 2009. 528 с.