2-AMINO-5-VINILTIO-1,3,4-TIADIAZOL SINTEZI VA TUZILISHINING FIZIK KIMYOVIY TAHLILI

Atashov Aziz Kenesbayevich
Berdaq nomidagi Qoraqalpoq davlat universiteti, Kimyo-texnologiya fakulteti, PhD katta o‘qituvchi
E-mail: atashov87@internet.ru

Annotatsiya: Ushbu maqolada 2-amino-5-viniltio-1,3,4-tiadiazol birikmasining sintezi, uning fizik-kimyoviy xossalari va tuzilishining tahlili keltirilgan. Sintez jarayonida 2-amino-5-merkapto-1,3,4-tiadiazol va 1,2-dixloretan ishtirokida reaksiyalar amalga oshirildi. Olingan mahsulotning tozaligi yupqa qatlamli xromatografiya (YUQX) va yadroviy magnit rezonans (YaMR) spektroskopiyasi yordamida tekshirildi. 1H va 13C YaMR spektrlari asosida birikmaning tarkibi aniqlanib, kutilgan struktura hosil bo‘lganligi isbotlandi. Tadqiqot natijalari tiadiazol hosilalarining strukturaviy va kimyoviy xossalarini chuqurroq o‘rganish imkonini beradi.

Kalit so‘zlar: 2-amino-5-viniltio-1,3,4-tiadiazol, sintez, fizik-kimyoviy tahlil, YaMR spektroskopiya, xromatografiya, tuzilish, geterohalqali birikmalar.

Аннотация: В данной статье приведены синтез, физико-химический анализ и исследование структуры соединения 2-амино-5-винилтио-1,3,4-тиадиазола. Реакция синтеза осуществлялась с участием 2-амино-5-меркапто-1,3,4-тиадиазола и 1,2-дихлорэтана. Чистота продукта определялась методами тонкослойной хроматографии и ядерного магнитного резонанса (ЯМР). На основании спектров ЯМР 1H и 13C подтверждено образование ожидаемого соединения. Полученные результаты способствуют более глубокому пониманию структурных и химических свойств производных тиадиазола.

Ключевые слова: 2-амино-5-винилтио-1,3,4-тиадиазол, синтез, физико-химический анализ, ЯМР-спектроскопия, хроматография, структура, гетероциклические соединения.

Abstract: This article presents the synthesis, physicochemical characterization, and structural analysis of 2-amino-5-vinylthio-1,3,4-thiadiazole. The compound was synthesized by the reaction of 2-amino-5-mercapto-1,3,4-thiadiazole with 1,2-dichloroethane. The purity of the obtained product was confirmed by thin-layer chromatography (TLC) and nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy. Based on the 1H and 13C NMR spectra, the structure of the expected compound was verified. The results contribute to a deeper understanding of the structural and chemical features of thiadiazole derivatives.

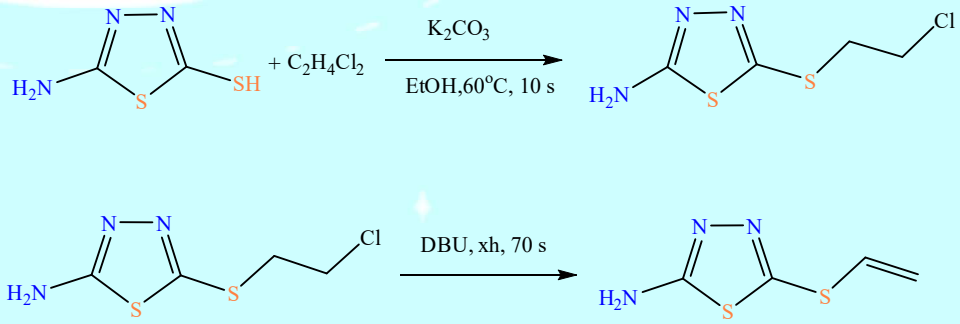
Keywords: 2-amino-5-vinylthio-1,3,4-thiadiazole, synthesis, physicochemical analysis, NMR spectroscopy, chromatography, structure, heterocyclic compounds.

Kirish.

ISSN 3030-3907

Ko‘pchilik sonli biologik faol birikmalar tarkibida geterohalqalar mavjud bo‘lib, bu molekulalarning biologik faolligini belgilab beradi. Shu sababli, so‘nggi yillarda tarkibida azot va oltingugurt tutgan geterohalqali birikmalarning hosilalarini sintez qilishga, fizik-kimyoviy va biologik xossalarini o‘rganishga alohida etibor qaratilgan. Besh a‘zoli geterohalqali birikmalar, jumladan tiadiazol hosilalarining ishlatilish sohalari juda kengayib bormoqda. Masalan, qishloq qo‘jaligida stimulyatorlar [1; 1281-1289-b.], sanoatda korroziyaga qarshi [2; 100358-100377-b.], bo‘yoqlar ishlab chiqarishda [3; 709-718-b.], quyosh panellarini ishlab chiqishda [4; 1902579-b.], tibbiyotda dori vositalari sifatida [5; 131-136-b.] va boshqa sohalarda ishlatilib kelinmoqda.

TADQIQOT METODOLOGIYASI. 2-Amino-5-merkapto-1,3,4-tiadiazoldan 1 mmol (1,33 g) va 1,2-dixloretandan 0,1 mol (9,9 g) olib unga 5,33 mmol (0,735 g) K_2CO_3 qo‘shib, 5 ml absolyut spirtda 60^0C haroratda 10 soat davomida qizdirildi. Olingan eritma sovitilganidan keyin hosil bo‘lgan qattiq qoldiq suv bilan yuvilib quritildi. Birikmaning tozaligi yupqa qavatli xromotografiya (YuQX) va YaMR spektroskopiyasi usullarida tekshirildi [6; 1554-1560-b.]. Mahsulot unumi 92%. Olingan 2-amino-5-((2-xloroetil)tio)-1,3,4-tiadiazol va 1,8-diazabitsiklo-5.4.0-undek-7-endan (DBU) 1:1 nisbatda olinib atsetonitrilda xona haroratida 70 soat aralashtirildi (1-Sxema). Reaksiyaning borishi YuQX usuli yordamida tekshirib turildi. Keyin eritma bosim ostida konsentratsiyalanib quruq qoldiq CH_2Cl_2 va H_2O da ekstraksiya qilindi va Na_2SO_4 da quritildi. Quruq qoldiq tarkibida bir nechta organik modda borligi sababli kolonkali xromatografiya usuli yordamida ajratib olindi [7; 2090-2096-b.]. Mahsulot unumi 52%. T_{suyuq} = 149-150°C; Rf = 0,52 (Petef/EtOAc = 1:1).



1-Sxema. 2-Amino-5-viniltio-1,3,4-tiadiazolning sintez reaksiyasi

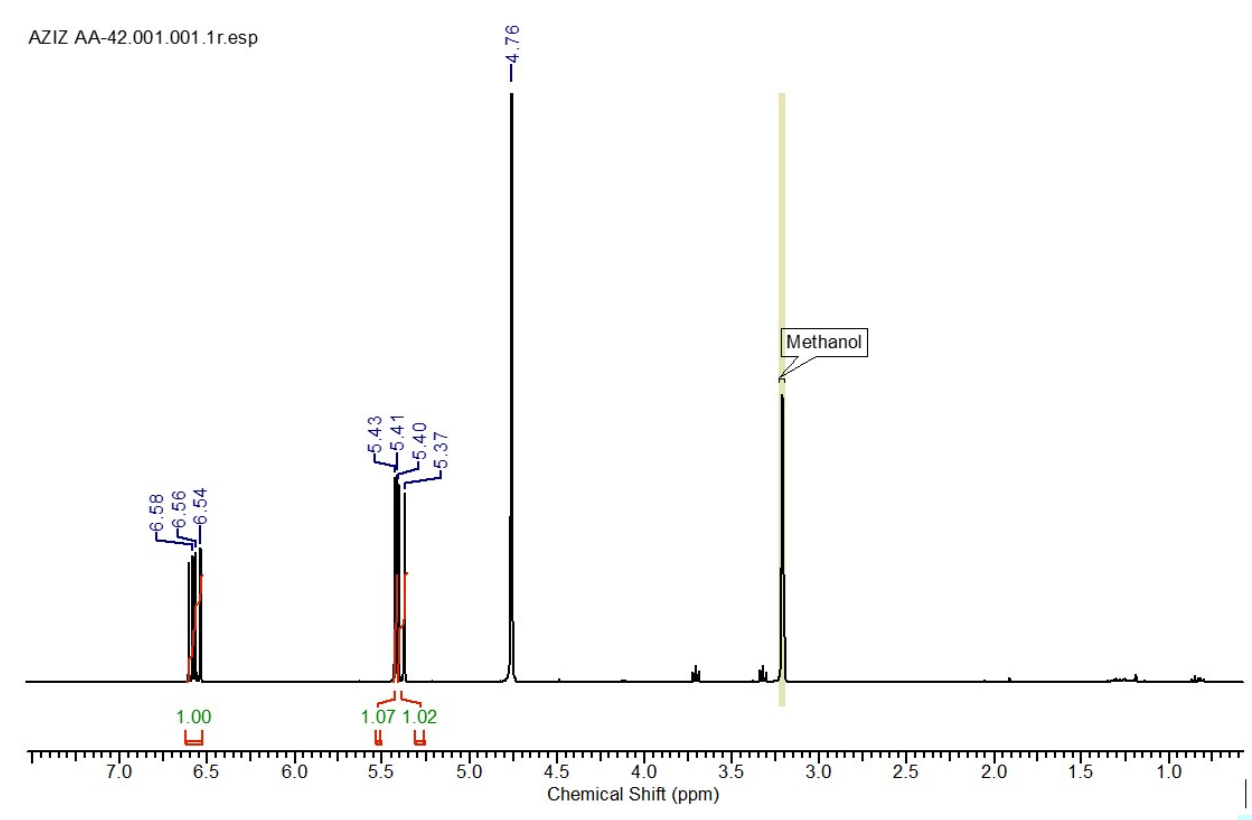
MUHOKAMA VA NATIJALAR.

Kimyo va biokimyoda molekulalarning tuzilishi, dinamikasi, reaksiya holati va kimyoviy muhitini aniqlash uchun yadro magnit rezonansi (YaMR) qo‘llaniladi. YaMR spektroskopiyasi organik birikmalarning molekulyar tuzilishi haqida batafsil ma’lumot beradi. YaMR spektrlarini tahlil qilish orqali kimyogarlar mavjud bo‘lgan atomlarning turlarini, ularning bog‘lanishini va molekuladagi atomlarning uch o‘lchovli joylashishini aniqlashga yordam beradi. Bu usul

ISSN 3030-3907

ko‘pchilik holatda organik birikmalarni aniqlash va tavsiflash uchun keng qo‘llaniladi. Yadroning har bir turi (masalan, ^{1}H, ^{13}C, ^{15}N va boshqalar) YaMR spektrida alohida signallar beradi, undan molekuladagi atomlarning turi va sonini aniqlash mumkin.

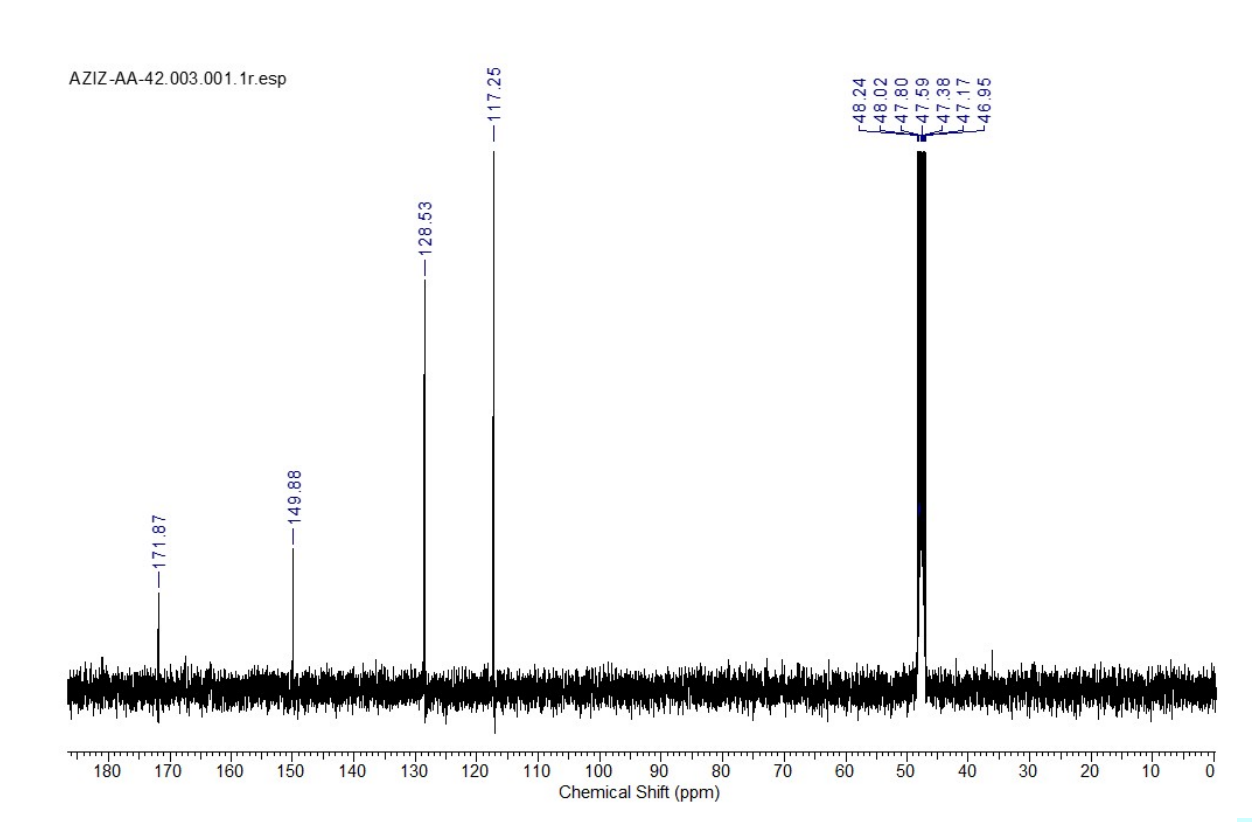
Sintez qilingan birikmanig tarkibi va bog‘lanishlarni aniqlash maqsadida YaMR spektrlari olindi. 2-Amino-5-viniltio-1,3,4-tiadiazolning ^{1}H YaMR spektrida erituvchi sifatida (CD_3OD) metanoldan foydalanilganligi sababli, NH_2 protonlariga mos keladigan signallar kuzatilmadi. Bu erituvchi NH_2 protonlar siganllarining ko‘rinishiga halaqt beradi [8; 189-198-b.].



1-rasm. 2-Amino-5-viniltio-1,3,4-tiadiazolning ^{1}H YaMR spektrlari

Lekin 2-Amino-5-viniltio-1,3,4-tiadiazol tarkibida vinil guruhiga tegishli proton signallari mos ravishda δ 6,54-6,58 m.u. (t, H, CH=); 5,43-5,37 m.u. (d,2H,=CH_2) da hosil bo‘ldi (1-rasm). ^{13}C YaMR spektrida to‘rtta uglerodning kimyoviy siljishi mos ravishda δ 117,25 (=CH_2); 128,53 (CH=); 149,88 (NH_2-C-S); 171,87(S-C-S) signallarini ko‘rishimiz mumkin (2-rasm). Keltirilgan kimyoviy siljishlar natijalari adabiyotlarda keltirilgan ma’lumotlarga solishtirilganda [9; 44-50-b], kutilgan birikmaning hosil bo‘lganligi isbotlandi.

ISSN 3030-3907



2-rasm. 2-Amino-5-viniltio-1,3,4-tiadiazolning ^{13}C YaMR spektrlari

XULOSA. Tadqiqot natijalariga ko‘ra, 2-amino-5-viniltio-1,3,4-tiadiazol birikmasi 2-amino-5-merkapto-1,3,4-tiadiazol va 1,2-dixloretan o‘rtasidagi reaksiyada yuqori unum bilan sintez qilindi. Olingan mahsulotning tozaligi yupqa qatlamli xromatografiya (YUQX) va yadroviy magnit rezonans (YaMR) spektroskopiyasi yordamida tekshirildi.

1H va 13C YaMR spektrlarida kuzatilgan kimyoviy siljishlar natijalari adabiyot ma’lumotlari bilan taqqoslandi va bu ma’lumotlar sintez qilingan birikmaning kutilgan tuzilishga ega ekanligini tasdiqladi. Olingan ma’lumotlar tiadiazol hosilalarining elektron tuzilishini chuqurroq o‘rganish, ularning reaktivligi va kompleks hosil qilish qobiliyatini baholashda muhim ahamiyat kasb etadi. Shuningdek, ushbu tadqiqot natijalari kelajakda tiadiazol asosidagi biologik faol kompleks birikmalar sintezi va ularning fizik-kimyoviy hamda biologik xossalarini o‘rganishda ilmiy asos bo‘lib xizmat qilishi mumkin.

FODALANILGAN ADABIYOTLAR RO‘YXATI

1. Knyazyan, A. M., Eliazyan, K. A., Pivazyan, V. A., Ghazaryan, E. A., Harutyunyan, S. V., & Yengoyan, A. P. Synthesis of Novel 2-Amino-(2-thioxo-3-alkyl-4-methyl-3H-thiazol-5-yl)-[1, 3, 4] thiadiazole Derivatives and Their Growth Stimulant Activity //J.Heterocycl.Chem. – 2013. – V. 50. – №. 6. – P. 1281-1289.
2. Saranya, J., Benhiba, F., Anusuya, N., Zarrouk, A., and Chitra, S.. Thiazolo thiadiazole derivatives as anti-corrosion additives for acid corrosion //Chem.Data Coll. – 2020. – V. 26. – P. 100358.

ISSN 3030-3907

3. Maradiya H. R. Monoazo disperse dyes based on 2-amino-1, 3, 4-thiadiazole derivatives // J. Serb. Chem. Soc. – 2002. – V. 67. – №. 11. – P. 709-718.
4. Zhang F., Zhu K. Additive engineering for efficient and stable perovskite solar cells // Adv. Energy Mater. – 2020. – V. 10. – №. 13. – P. 1902579.
5. Kariyone K., Harada H., Kurita M., Takano T., Cefazolin, a new semisynthetic cephalosporin antibiotic. I synthesis and chemical properties of cefazolin //J. Antibiot. – 1970. – №. 23. – P. 131-136
6. Gao, Y., Samanta, S., Cui, T., & Lam, Y. Synthesis and in vitro Evaluation of West Nile Virus Protease Inhibitors Based on the 1, 3, 4, 5-Tetrasubstituted 1H-Pyrrol-2 (5H)-one Scaffold //Chem. Med. Chem. – 2013. – V. 8. – №. 9. – P. 1554-1560.
7. Nenajdenko V. G., Denisenko D. I., Balenkova E. S. New method for the synthesis of indenes //Russ.Chem.Bull. – 2002. – V. 51. – P. 2090-2096.
8. Er M., Şahin A., Tahtacı H. Synthesis and characterization of novel 1, 3-thiazole and 2-amino-1, 3, 4-thiadiazole derivatives //Maced. J. Chem. Chem. Eng. – 2014. – V. 33. – №. 2. – P. 189-198.
9. Karcz, D., Matwijczuk, A., Boroń, B., Creaven, B., Fiedor, L., Niewiadomy, A., & Gagoś, M. Isolation and spectroscopic characterization of Zn (II), Cu (II), and Pd (II) complexes of 1, 3, 4-thiadiazole-derived ligand // J. Mol. Struct. – 2017. – V. 1128. – P. 44-50.

ISSN 3030-3907