

O'zbekiston

Kompozitsion **M**ateriallar

Ilmiy-texnikaviy va amaliy jurnali



Узбекский научно-технический и производственный журнал
Композиционные материалы

Государственное унитарное предприятие «Фан ва тараккиёт»
при Ташкентском государственном техническом университете
имени Ислама Каримова

O'zbekiston

KOMPOZITSION MATERIALLAR

Ilmiy-texnikaviy va amaliy jurnali

№2/2024

Узбекский Научно-технический и производственный журнал
Композиционные материалы

Ташкент - 2024

15. Gao S. et al. A new mixed-ligand lanthanum (III) complex with salicylic acid and 1, 10-phenanthroline: Synthesis, characterization, antibacterial activity, and underlying mechanism //Journal of Molecular Structure. – 2021. – V. 1225. – P. 129096.
16. Microwave assisted synthesis, spectroscopic, thermal, and antifungal studies of some lanthanide (III) complexes with a heterocyclic bishydrazone
17. Cotton S. A., Harrowfield J. M. Lanthanides in Living Systems //The Rare Earth Elements: Fundamentals and Applications. – 2012. – P. 65.
18. Prajapati K. et al. a Review: Lanthanide Complexes and Their Biological Importance //Res. J. Life Sci. Bioinformatics, Pharm. Chem. Sci. – 2018. – V. 4. – P. 803-813
19. Dutra J. D. L. et al. Sparkle/PM7 lanthanide parameters for the modeling of complexes and materials //Journal of chemical theory and computation. – 2013. – V. 9. – N. 8. – P. 3333-3341.
20. Tenorio K. V. et al. Thermal analysis combined with X-ray diffraction/Rietveld method, FT-IR and UV-vis spectroscopy: Structural characterization of the lanthanum and cerium (III) polycrystalline complexes //Thermochimica Acta. – 2020. – V. 690. – P. 178662.
21. Thakur G. A., Dhaigude U. N., Patil S. S. Some Mixed Ligand Complexes of Lanthanum (III) Using 1-Nitroso-2-naphthol and Amino Acids //Asian Journal of Chemistry. – 2018. – V. 30. – N. 7. – P. 1585-1589.

Ilk bor La(III), Ce(III) ionlarining 2-aminobenzimidazol hamda atsetilsalitsil kislota bilan geteroligandli kompleks birikmalari sintez qilindi. Sintez qilingan koordinatsion birikmalarning tuzilishi element, SEM-EDS, IQ-spektroskopiya, termogravimetrik tahlil va kvant-rimyoviy hisoblashlar yordamida o'rganildi.

Kalit so'zlar: sintez, ligand, lantan, seriy, salitsil kislota, benzimidazol, kompleks birikma, IQ spektroskopiya, termogravimetrik tahlil

Fayzullayeva Feruza Farhod qizi
Siddiqova Qizlarxon To'raqulovna
Ruziyeva Baxtigul Yo'ldoshevna
Daminova Shaxlo Sharipovna

O'zbekiston-Yaponiya yoshlar innovatsiya markazi tayanch doktoranti
Qarshi muhandislik-iqtisodiyot instituti o'qituvchisi
O'zbekiston-Yaponiya yoshlar innovatsiya markazi kichik ilmiy xodimi
M.Ulug'bek nomidagi O'zMU "Noorganik kimyo" kafedrası professori,
kimyo fanlari doktori.

UDK 547.856.1

2-METIL- 3(H)-6-AMINOXINAZOLIN-4-ONNI ATSILLASH REAKSIYALARI

M.E. Ziyadullayev, R.K. Karimov, Sh.Sh. Sagdullayev

Kirish. Hozirgi vaqtda dunyoda farmasevtika sanoatida ishlab chiqarilayotgan hamda tibbiyotda qo'llanilayotgan preparatlarning asosini sintetik geterohalqali birikmalar tashkil qiladi. Bunday birikmalar qatorida besh va olti a'zoli geterohalqali birikmalar, xususan benzimidazollar xinazolin-4-onlar, ularning -nitro, -amino, -sulfo, -alkil, -aril guruh saqlagan hamda galogen va tioanaloglari hosilalarini ko'rishimiz mumkin. So'nggi yillarda jahonda geterohalqali birikmalar kimyosi sohasida olib borilayotgan ilmiy tadqiqotlar haqidagi ma'lumotlar tahlili tarkibida azot, kislorod, oltingugurt tutgan farmakologik faol preparatlar sonining ko'payib borayotganini ko'rsatadi [1-2].

Bugungi kunda geterohalqali birikmalarning elektrofil va nukleofil reagentlar bilan biologik faol moddalarni ajratib olishga yo'naltirilgan maqsadli sintezlarni amalga oshirish, reaksiyalarning borishiga ta'sir qiluvchi omillarni o'rganish va hosil bo'lgan mahsulotlarning tuzilishini aniqlash organik kimyoning dolzarb vazifalaridan biri hisoblanadi. Shulardan kelib chiqib, hozirgi vaqtda

zamonaviy organik kimyo usullarini qo'llagan holda 3(H)-xinazolin-4-onlarning yangi hosilalarini sintez qilish va ular asosida samarali dori vositalarini yaratish jadal sur'atlarda rivojlanmoqda, natijada tutqanoq, rak, miokard, yallig'lanish, yurak-qon tomir kasalliklariga qarshi, qishloq xo'jaligi sohasida fungisid, gerbisid, bakterisid, chorvachilikda antigelmint ta'sirga ega turli xil preparativ vositalar yaratilmoqda va ularni sanoat miqyosida ishlab chiqarishning yangi texnologiyalari ishlab chiqilmoqda [3-4].

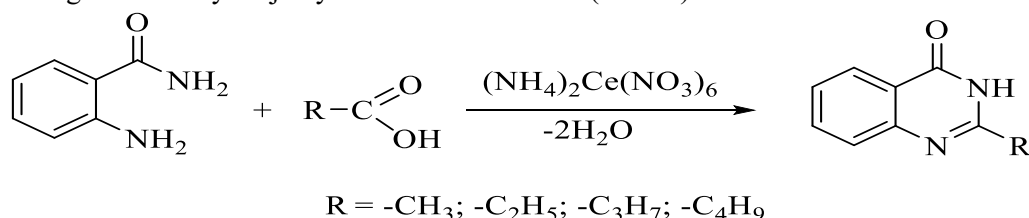
Tadqiqotning obyekti va metodologiyasi.

Sintez qilingan birikmalarning xususiy fizik-kimyoviy kattaliklarini aniqlashda zamonaviy fizik-kimyoviy tadqiqot usullaridan foydalindi. Bunda birikmalarning IQ spektrlari Perkin-Elmer firmasining IQ-Fure Cistema 2000 spektrometrda KBr li tabletkalarda, YaMR ^1H , ^{13}C - spektrlari ishchi chastotasi 400 MGs bo'lgan Unity-400+ va ishchi chastotasi 600 MGs bo'lgan Jeol-600 uskunalarida (ichki standart GMDS, δ -shkalasi) deyterillangan CD_3COOD , DMSO eritmalarida

olindi, mahsulot tozaligi yupqa qatlamli xromatografiya YuQX «Sorbfil» (Rossiya), «Whatman® UV-254» (Germaniya), «Merck» (Shveysariya), plastinkalaridan, elyuent sifatida xloroform, benzol, metanol, aseton kabi organik erituvchilarning turli nisbatlardagi aralashmalaridan foydalanildi. Sintez qilingan birikmalarning suyuqlanish harorati «BOETIUS» (Germaniya) va «MEL-TEMP» (AQSh) uskunalarida aniqlandi. Birikmalarni sintez qilishda termik va mexanik mustahkam shaffof kvarts shishali (BorSilicatum 3.3 markali) kolba va staknalaridan foydalanildi.

Natijalar va muhokama. 3(H)-xinzolin-4-on yadrosini hosil qilishning turli usullari mavjud bo'lib, antranil kislota va angidridlar bilan reaksiyasi natijasida 3(H)-xinzolin-4-onning 2-almashgan hosilalarini yuqori unumlarda sintez qilish mumkin [5-6]. Lekin ushbu usulning kamchiligi shundan iboratki birinchisi angidridlar bilan olib borilgan reaksiya jarayoni ikki

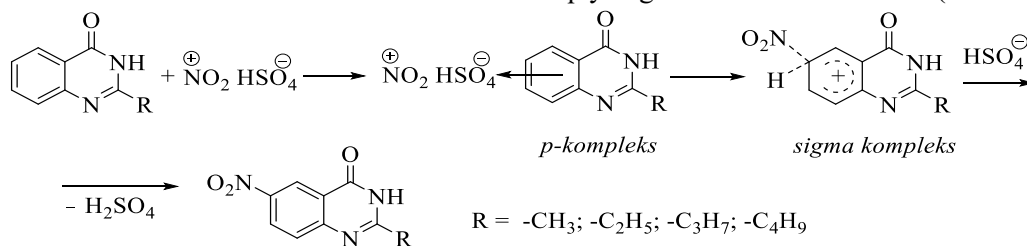
bosqichliligi bo'lsa, ikkinchisi angidridlardan foydalanishda ma'lum bir chegaralarning mavjudligi kimyogar va texnologlarga birozgina noqulayliklar keltirib chiqarishidir. Mazkur tadqiqot ishida yuqoridagi holatlarni inobatga olgan holda 3(H)-xinzolin-4-onning 2-almashgan hosilalarini sintez qilishda 2-aminobenzamid va alifatik karbon kislotalardan katalizator sifatida $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ dan foydalanildi [7-8]. Foydalanilgan katalizator atsillovchi agentlar bilan donor-akseptor bog' hosil qiladi. Bu bog' mustahkamligining ortishi karbonil guruhidagi uglerod atomi musbat zaryad qiymatini oshirib amino birikma tomonidan nukleofil hujumni osonlashtiradi va bir molekula suv ajralib oraliq atsil mahsulotni, hosil bo'lgan oraliq kompleks birikmadan yana bir molekula suv ajralib chiqib mos ravishdagi 2-alkil-3(H)-xinzolin-4-onlar hosil bo'ladi. Reaksiya tenglamasi quyidagicha taklif etildi (1-rasm).



1-rasm. 3(H)-xinzolin-4-onning 2-almashgan hosilalari sintezi

3(H)-xinzolin-4-onning 2-almashgan hosilalarini sintez qilish reaksiyasini 250 ml sig'imga ega bo'lgan haroratga chidamli qaytar sovutgich bilan jihozlangan ikki og'izli kolbada olib borildi. Dastlab 0,1 mol 2-aminobenzamid va 0,3 mol sirka kislota ($\rho=1,08 \text{ g/sm}^3$) hamda 0,001 mol $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ katalizatori ketma-ket solindi va reaksiya 6 soat davomida 118-119 °C haroratlarda moy hammomida qizdirildi. Reaksiya jarayonida hosil bo'lgan aralashma darhol muzli suv solingan termik va mexanik mustahkam shaffof kvarts shishadan (BorSilicatum 3.3 markali) stakanga quyildi. Tushgan cho'kma nutch-filtri yordamida filtrlab olindi va dastlab xona haroratida (25-27°C) 4 soat, so'ngra FP 115 markali, dasturlashtiriladigan regulyatorli quritish shkafida 2 soat mobaynida quritildi. Mahsulot etil spirtida qayta kristallandi. Mahsulot unumi 88,3%. Sistema – xloroform:benzol:metanol 5:3:1, $R_f=0,36$. $T_{\text{suyuq}}=231-232 \text{ }^\circ\text{C}$.

Tadqiqotlarni davom ettirib 2-metil-3(H)-xinzolin-4-onni nitrolovchi aralashma ishtirokida nitrolab mos ravishdagi 2-metil-3(H)-6-nitroxinzolin-4-on sintez qilindi. Nitrolash reaksiyalari qaytar sovutgich va mexanik aralashtirgich bilan jihozlangan 500 ml li kislota bardosh, to'rt og'izli kolbada olib borildi. Nitrolovchi aralashma sifatida nitrat kislota ($\rho=1,65 \text{ g/sm}^3$) va konsentrlangan sulfat kislotada ($\rho=1,835 \text{ g/sm}^3$) dan foydalanildi. 2-metil-3(H)-6-nitroxinzolin-4-on sintezi va reaksiya jarayonining borishi adabiyotlarda keltirilgan usullar bo'yicha olib borildi [9]. Reaksiya aralashma muzli suv solingan idishga quyildi, 6 soatdan keyin, tushgan cho'kma filtrlab olindi. Sintez qilingan birikmaning hosil bo'lishi va tozaligi YuQX usulida Silufol UV-254 qog'ozda aniqlandi hamda etil spirtida qayta kristallandi. Natijada 3(H)-2-metil-6-nitroxinzolin-4-on (5) 86,4% unum bilan sintez qilindi. Reaksiya tenglamasi va mexanizmi quyidagicha borishi taklif etildi (2-rasm).

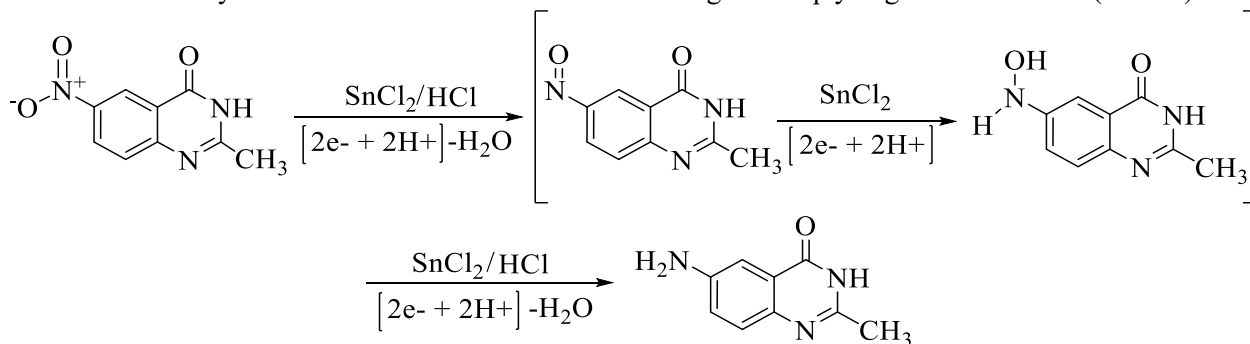


2-rasm. 2-metil-3(H)-xinzolin-4-onni nitrolash reaksiyasi

Reaksiya tenglamasidan ko'rish mumkinki birikmani nitrolash jarayonida nitrolovchi aralashmadan hosil bo'lgan nitroniy (NO_2^+) kationining aromatik yadroga hujumi bilan boshlanadi. Reaksiyon aralashmada suv miqdorining ko'payishi nitroniy kationi konsentratsiyasini kamaytiradi. Shu sababli reaksiyon aralashmaga doimiy ravishda nitrat kislotasi 3-5 soniyada bir tomchidan tomchilab turildi. Bilamizki nitrolash reaksiyasi elektrofil almashinish reaksiyasiga misol bo'lib jarayonda dastlab π -kompleksni hosil qiladi. Reaksiya jarayonining ikkinchi bosqichida hosil bo'lgan σ -kompleksda NO_2^+ elektrofil zarracha 2-metil-3(H)-xiazolin-4-on tarkibidagi benzol halqasining ikkita π elektronlari bilan kovalent bog' hosil qiladi. Bunda σ -kompleksda elektrofil zarracha π -kompleksga nisbatan aromatik molekula tarkibiga chuqurroq kirib boradi hamda aromatik halqadagi C atomlaridan biri sp^3 -gibridlangan holatga o'tadi. Natijada benzol halqasidagi molekula simmetriyasi buzilib NO_2^+ va H atomi

halqa tekisligidan tashqariga joylashadi. Natijada σ -kompleksdan proton ajralib chiqishi va aromatik sistemaning qayta tiklanishi bilan yakunlanib tegishli 2-metil-3(H)-6-nitroxiazolin-4-on birikmasi hosil bo'ladi.

Sintez qilingan 2-metil-3(H)-6-nitroxiazolin-4-on muhim organik yarim mahsulotlar bo'lib, geterohalqali birikmalar kimyosi uchun qimmatli xomashyo hisoblanadi. Bunga sabab nitroguruhni qaytarib tegishli amino birikmalarni hosil bo'ladi [10]. Tarkibida nitro guruh saqlagan birikmalarni qaytarishning turli hil usullari mavjud bo'lib qaytaruvchi reagent sifatida tarkibida metall saqlagan birikmalardan foydalanish mumkin. Ushbu tadqiqot ishida ham 2-metil-3(H)-6-nitroxiazolin-4-onlarni kislotali sharoitda (HCl) $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan qaytaruvchi reagent sifatida qo'llanilib tegishli amino mahsulotlar sintez qilindi. Nitro birikmalarni qaytarish jarayoni ham, oraliq birikmalar hosil bo'lishi bilan boradi. Reaksiya tenglamasi quyidagicha taklif etildi (3-rasm).



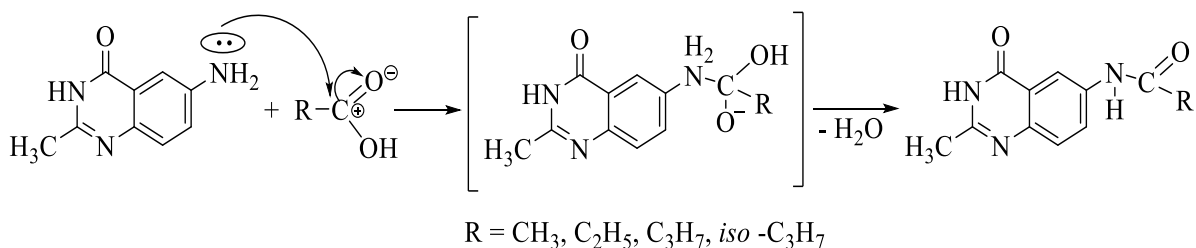
3-rasm. 2-metil-6-amino-3(H)-xiazolin-4-on sintezi

Bu yerda qalay (II) xlorid qaytaruvchi vazifasini bajaradi hamda reaksiya so'ngida qalay (IV) xlorid holda ajralib chiqadi. Reaksiya tenglamasiga e'tibor qaratadigan bo'lsak, birinchi bosqichda dastlabki 2-metil-6-nitrozo-3(H)-xiazolin-4-on tarkibidagi nitro guruh, qalay (II) xloridning xlorid kislotasi bilan ta'sirlashishida ajralib chiqqan vodorod bilan qaytarilib tegishli nitrozobirikmaga o'tadi, ikkinchi bosqichda nitrozo – hosilaga ikkita vodorod atomining birikish-qaytarilishi ketib N-almashingan gidroksilamin hosil bo'ladi, uchinchi bosqichda esa oraliq gidroksilamin ham vodorod ishtirokida qaytarilishi va suvning eliminatsiyalanishi natijasida tegishli 2-metil-6-amino-3(H)-xiazolin-4-on hosil bo'ladi.

Amino birikmalarni sintez qilishda, issiqlikka bardoshli uch og'izli kolbaga mexanik aralashtirgich va tomizgichli voronka o'rnatildi. 6,78 g (0,3 mol) qalay (II) xlorid digidrat ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) muz hammomida sovutilgan holda ($0 + 5^\circ\text{C}$) 8,5 ml konsentrlangan (36%) HCl qo'shildi, reaksiyon aralashmani doimiy aralashtirgan holda 10-15 daqiqadan so'ng 5,25 g (0,03 mol) 2-metil-3(H)-6-nitroxiazolin-4-onning 25 ml etil spirti va

8 ml HCl (36%) dagi suspenziyasi bo'lib-bo'lib qo'shildi. Reaksiya 20-25 daqiqa $0 + 5^\circ\text{C}$ haroratda, 30 daqiqa xona haroratida va 2 soat suv hammomida olib borildi. Reaksiyon aralashma 8 soat xona haroratida qoldirildi, suv bilan suyultirildi va ammiak bilan ishqoriy muhitga o'tkazilganda cho'kma tushishi kuzatildi. Tushgan cho'kma filtrlandi, suv bilan neytral muhitga kelguncha yuvildi, xona haroratida quritildi. Olingan kimyoviy birikma etil spirtida qayta kristallandi. Unum 4,53 g (86,3%). Sistema aseton:benzol 3:2. $R_f=0,38$. $T_{\text{suyug.}}=316-318^\circ\text{C}$. Molekulyar massasi 161,2.

Tadqiqotlarimiz davomida 2-metil-3(H)-6-aminoxiazolin-4-onni atsillash reaksiyasi ustida tajribalar amalga oshirildi. 2-metil-3(H)-6-aminoxiazolin-4-onning nukleofil markaz aminoguruhning alifatik kislotalaridagi qisman musbat zaryadlangan uglerod atomiga hujumi natijasida 2-metil-6-aminoxiazolin-4-onning atsillanish reaksiyasi sodir bo'ladi. 2-metil-3(H)-6-aminoxiazolin-4-onni alifatik kislotalar ishtirokida atsillash reaksiyasi mexanizmi quyidagicha taklif etildi (4-rasm):

**4-rasm. 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-onni atsillash reaksiyasi**

N-(2-metil-4-okso-3,4-digidroxinazolin-6-il)atsetamid sintez qilish uchun 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-onni sirka kislota ishtirokida atsillash reaksiyasi 50 ml hajmli tubi yumaloq kolbaga 0,5 g (0,001 mol) 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-on 3,0 ml (0,053 mol) sirka kislota solindi va 55-60 daqiqa (117-119 °C) qizdirildi. Reaksiyon aralashma xona haroratida sovutildi. Tushgan cho'kmaga 7 ml ($\rho=0.78 \text{ g/sm}^3$) etil spirti (96%) quyildi va 3-5 daqiqa davomida qizdirildi. Tushgan cho'kma filtrlandi va xona haroratida quritildi. Unum 0,59 g (87,6%). Sistema – metanol:benzol 1:3. $R_f=0,56$. $T_{\text{suyuq}}=244-246^\circ\text{C}$. Molekulyar massasi 217,2.

N-(2-metil-4-okso-3,4-digidroxinazolin-6-il)propionamidni sintez qilish uchun 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-onni propion kislota ishtirokida atsillash reaksiyasi ham 50 ml li tubi yumaloq kolbaga 1,61 g 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-on hamda 3,5 ml propion kislota solindi va moy hammomida (140-143 °C) qizdirib 4 soat davomida olib borildi. Reaksiyon aralashma xona haroratida sovutildi. Tushgan cho'kma filtrlandi. Etil spirtida qayta kristallandi. Unum 0,128 g (79,5%). Sistema – benzol:aseton 2:3. $R_f=0,58$. Molekulyar massasi 231,4.

N-(2-metil-4-okso-3,4-digidroxinazolin-6-il)izobutiramid sintezi 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-onni izomoy kislota ishtirokida atsillash reaksiyasi 50 ml li tubi yumaloq kolbaga 1,61 g 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-on, 3,5 ml (0,038 mol) izomoy kislota solindi va moy hammomida 150° C da qizdirib 4 soat davomida olib borildi. Reaksiyon aralashma xona haroratida sovutildi. Tushgan cho'kma filtrlandi. Etil spirtida qayta kristallandi. Unum 0,15 g (64,1%). $R_f=0,51$. Sistema – xloroform:metanol:benzol 5:3:1. Molekulyar massasi 245,3.

N-(4-okso-3,4-digidroxinazolin-6-il)butiramid sintezi 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-onni moy kislota ishtirokida atsillash reaksiyasi ham yuqorida keltirilgan usul kabi amalga oshirildi. Mahsulot unumi 0,164 g (71,3%). $R_f=0,44$. Sistema – benzol:aseton 2:3. Molekulyar massasi 259,3.

Ilmiy tadqiqot ishining natijalari

Sintez qilingan 3(H)-2-metilxinazolin-4-onning tuzilishi IQ-spektroskopik usulda tahlil natijalaridan ko'rish mumkinki birikma tarkibida

to'rtinchi holatda joylashgan $\text{C}=\text{O}$ guruhining valent tebranishi 1575 cm^{-1} sohada, uchinchi holatda joylashgan NH guruhi 3280 cm^{-1} sohada, $\text{C}=\text{N}$ guruhi 1618 cm^{-1} , hamda $\text{C}-\text{N}$ guruhi 1468 cm^{-1} , aromatik halqadagi $\text{C}=\text{C}$ bog'ining valent tebranishlari 1558 cm^{-1} sohalarda, $\text{C}-\text{H}$ 2960 cm^{-1} , $\text{C}-\text{C}$ bog'ining valent tebranishlari esa 1536 cm^{-1} , sohalarda namoyon bo'lishi kuzatildi.

^1H YaMR spektri tahlil natijalariga ko'ra 3(H)-2-metilxinazolin-4-onning ikkinchi holatda joylashgan metil guruhi protonlari kuchli 3,14 m.u. sohalarda bir protonli tripletlar, aromatik H-2 protoni qiymati 7.79 m.u. sohada bir-protonli triplet triplet ($J_1=1.27$, $J_2=2.56 \text{ Hz}$) ko'rinishida kimyoviy siljish (KS) ni namoyon qildi, H-5 proton qiymati 8.20 m.u. sohada singlet holatda, H-6 protoni qiymati 7.36 m.u. sohada bir-protonli triplet triplet ($J_1=1.15$, $J_2=2.21 \text{ Hz}$) ko'rinishida kuzatildi, H-7 protoni qiymati 7.71 m.u. sohada bir-protonli duplet ($J=7.6 \text{ Hz}$) ko'rinishida kuzatildi, H-8 protoni qiymati 7.88 m.u. sohada bir-protonli duplet duplet ($J=7.6 \text{ Hz}$) ko'rinishida namoyon bo'lishi 3(H)-2-metilxinazolin-4-on birikmasiga mos ekanligini tasdiqlaydi.

IQ-spektri yordamida 3(H)-2-metil-6-nitroxiazolin-4-onning valent tebranishlari tahlil qilinganda, birikma tarkibida 4-holatda joylashgan $\text{C}=\text{O}$ guruhining valent tebranishi 1640 cm^{-1} sohada, 3-holatda joylashgan NH guruhi 3367 cm^{-1} sohada, $\text{C}=\text{N}$ guruhi 1598 cm^{-1} , CH_3 guruhi 3054 cm^{-1} va $\text{C}-\text{N}$ guruhi 1467 cm^{-1} sohada, aromatik halqadagi $\text{C}-\text{NO}_2$ bog'ining valent tebranishlari esa 1514 cm^{-1} sohalarda namoyon bo'lishi kuzatildi.

Sintezlangan 3(H)-2-metil-6-nitroxiazolin-4-onning tuzilishi ^1H , YaMR spektri usuli yordamida tahlil qilindi. Bunda kuchsiz sohada aromatik H-2 protoni qiymati 8.25 m.u. sohada bir-protonli singlet ko'rinishidagi kimyoviy siljishi namoyon bo'ladi. H-5 protoni qiymati 8.67 m.u. sohada bir-protonli duplet duplet ($J_1=0.38$, $J_2=2.66 \text{ Hz}$) ko'rinishidagi kimyoviy siljish va H-7 protoni qiymati 8.25 m.u. sohada bir-protonli duplet duplet ($J_1=2.37$, $J_2=8.5 \text{ Hz}$) ko'rinishida, hamda H-8 protoni qiymati 7.9 m.u. sohalarda bir-protonli duplet ($J_1=0.42 \text{ Hz}$) ko'rinishida kimyoviy siljishlar namoyon bo'lishi, metil guruh protonlari qiymati kuchli 2.05 m.u. sohada uch protonli singlet ko'rinishidagi kimyoviy siljishni hamda H-6 holatdagi protonning tegishli sohada signallari

namoyon bo'lmaganligi 3(H)-2-metil-6-nitroxinazolin-4-onning tuzilishini tasdiqlaydi.

IQ-spektri yordamida 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-on valent tebranishlari tahlil qilinganda, 4-holatda joylashgan C=O guruhining valent tebranishlari 1672 sm^{-1} , 3-holatda joylashgan -NH guruhi 3411 sm^{-1} sohada, C=N guruhi 1602 sm^{-1} sohada, C-H guruhi 3022 sm^{-1} sohada, (C-C) guruhi 1485 sm^{-1} sohada, (C-N) guruhi 1392 sm^{-1} sohalarida namoyon bo'lishi va C-NO₂ bog'ining valent tebranishlari 1490-1660 sm^{-1} sohalarida namoyon bo'lmasdan, uning o'rniga NH₂ guruhi 3380 sm^{-1} sohada valent tebranishlar namoyon bo'lganligi kuzatildi.

Sintez qilingan 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-on ¹H YaMR-spektrida kuchsiz sohada aromatik protonlar H-2 protoni qiymati 7.69 m.u. sohada bir-protonli duplet (J=3.32 Hz) ko'rinishida kimyoviy siljish namoyon bo'ladi, H-5 protoni qiymati 7.28 m.u. sohada bir-protonli duplet (J=3.44 Hz) ko'rinishida kimyoviy siljish, hamda H-7 protoni qiymati 7.56 m.u. sohada bir-protonli duplet (J=7.45 Hz) ko'rinishida va H-8 protoni qiymati 6.98 m.u. sohada bir-protonli duplet (J=8.37 Hz) ko'rinishida kimyoviy siljishlar namoyon bo'ladi, amino guruhga tegishli protonlar yanada kuchsiz 11.82 m.u. sohada singlet holda kimyoviy siljish namoyon bo'lganligi 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-on ekanligini tasdiqlaydi.

N-(2-metil-4-okso-3,4-digidroxinazolin-6-il)atsetamid tuzilishi tahlil qilinganda ¹H YaMR (DMSO-*d*₆): (δ, m.u. J/Hz): 2.37 (3H, t, CH₃), 12.24 (1H, s, NH), 8.36 (1H, d, J=2.17, H-5), 7.84 (1H, dd, J=2.37, H-7), 7.52 (1H, d, J=8.78, H-8), 10.2 (1H, s, NH), 2.09 (3H, s, CH₃). ¹³C YaMR (DMSO-*d*₆): 2-holatdagi -CH₃ kuchli 22.3 m.u. (1-C), 153.4 m.u. (2-C), 159.1 m.u. (3-C), 119.4 m.u. (4-C), 140.1 m.u. (5-C), 124.0 m.u. (6-C), 121.5 m.u. (7-C), 142.1 m.u. (8-C), 122.1 m.u. (9-C), 167.8 m.u. C=O (*10-C), 24.1 m.u. (*11-C). IQ-spektr (KBr, ν, sm^{-1}): (C=O) 1685 sm^{-1} , (NH) 3236 sm^{-1} , (C=N) 1674 sm^{-1} , (CH₃) 3018 sm^{-1} , (C-C) 1491 sm^{-1} , (C-N) 1314 sm^{-1} sohalarida namoyon bo'lishi aniqlandi.

N-(2-metil-4-okso-3,4-digidroxinazolin-6-il)propionamid birikmasi tahlil natijalari ¹H YaMR spektri: (DMSO-*d*₆): (δ, m.u. J/Hz): 2.33 (3H, t, J=4.86 CH₃), 12.29 (1H, s, NH), 8.41 (1H, t, J=2.3, H-5), 7.79 - 7.92 (2H, AA'BB' tip, H - 7, 8), 10.11 (1H, s, NH), 2.36 (2H, k, J₁=6.44; J₂=6.67 CH₂CH₃), 1.15 (3H, t, J=6.54, CH₂CH₃). ¹³C YaMR (DMSO-*d*₆): 2-holatdagi -CH₃ kuchli 21.8 m.u. (1-C) hamda -CH₃ kuchli 9.8 (11-C), -CH₂- 29.6 m.u. (12-C) sohalarida, 154.1 m.u. (2-C), 4-holatdagi (C=O) 160.7 m.u. (3-C), 118.8 m.u. (4-C), 138.4 m.u. (5-C), 124.7 m.u. (6-C), 122.1 m.u. (7-C), 142.4 m.u. (8-C), 120.6 m.u. (9-C), 170.4 m.u. (10-C). IQ-spektr (KBr, ν, sm^{-1}): (C=O) 1689 sm^{-1} , (N-H) 3282 sm^{-1} , (C=N) 1659 sm^{-1} , (CH₃) 3015-3030 sm^{-1} , (C-

C) 1481 sm^{-1} , (C-N) 1301 sm^{-1} , (C-H) 3058 sm^{-1} , (CH₂) 1450 sm^{-1} sohalarida namoyon bo'lishini ko'rsatdi.

N-(2-metil-4-okso-3,4-digidroxinazolin-6-il)izobutiramid tuzilishi tahlil qilinganda ¹H YaMR (DMSO-*d*₆): (δ, m.u. J/Hz): 2.39 (3H, t, J=7.54, CH₃), 12.12 (1H, s, NH), 7.45 (1H, t, J=2.3, H-5), 7.76-7.82 (2H, AA'BB' tip, H-7, 8), 10.18 (1H, s, NH), 2.10 (2H, m, CH(CH₃)₂), 1.10 (6H, d, J=6.54, CH(CH₃)₂). ¹³C YaMR (DMSO-*d*₆): 2-holatdagi -CH₃ 21.1 m.u. (1-C), -CH₃ 19.7 (12-C), hamda -CH₃ 19.1 m.u. (13-C), -CH- kuchli 34.7 m.u. sohalarida (11-C), 153.7 m.u. (2-C), 4-holatdagi (C=O) 161.4 m.u. (3-C), 117.8 m.u. (4-C), 139.1 m.u. (5-C), 123.1 m.u. (6-C), 121.5 m.u. (7-C), 143.2 m.u. (8-C), 119.8 m.u. (9-C), 174.8 m.u. (10-C). IQ-spektr (KBr, ν, sm^{-1}): (C=O) 1674 sm^{-1} , 1660 sm^{-1} , (N-H) 3255 sm^{-1} , (C=N) 1680 sm^{-1} , (CH₃) 3098 sm^{-1} , (C-C) 1481 sm^{-1} , (C-N) 1301 sm^{-1} , (C-H) 3057 sm^{-1} namoyon sohalarida bo'ldi.

N-(4-okso-3,4-digidroxinazolin-6-il)butiramid birikmasi spektr natijalari quyidagicha, yani ¹H YaMR (DMSO-*d*₆): (δ, m.u. J/Hz): 2.48 (3H, t, J=6.98, CH₃), 12.01 (1H, s, NH), 7.63 (1H, t, J=2.6, H-5), 7.88-7.96 (2H, AA'BB' tip, H-7, 8), 10.1 (1H, s, NH), 2.35 (2H, t, J=7.54 CH₂CH₂CH₃), 1.41-1.58 (2H, m, CH₂CH₂CH₃), 0.92 (3H, t, J=7.41, CH₂CH₂CH₃). ¹³C YaMR (DMSO-*d*₆): 2-holatdagi -CH₃ 21.8 m.u. (1-C), -CH₃ 12.7 (13-C), hamda -CH₂ 19.8 m.u. (12-C), -CH₂ kuchli 38.6 m.u. sohalarida (11-C), 154.6 m.u. (2-C), 4-holatdagi (C=O) 162.1 m.u. (3-C), 119.1 m.u. (4-C), 140.2 m.u. (5-C), 124.3 m.u. (6-C), 122.7 m.u. (7-C), 142.7 m.u. (8-C), 121.8 m.u. (9-C), 176.5 m.u. 10-C ga hos bo'lgan signallar namoyon bo'ldi.

Xulosa. 2-metil-3(H)-xinazolin-4-onni sintez qilishda 2-aminobenzamid va sirka kislotalarining 1:3 nisbatlarda, sirka kislotaning qaynash haroratida, reaksiya davomiyligi 6 soat, katalizator sifatida (NH₄)₂Ce(NO₃)₆ dan foydalanib 88,3 % unumda individual holatda ajratib olindi. So'ngra 2-metil-3(H)-xinazolin-4-onni nitrolash reaksiyalari olib borilib tegishli 3(H)-2-metil-6-nitroxinazolin-4-on 86,4 % unumlarda sintez qilindi. Oraliq yarim mahsulot hisoblangan 3(H)-2-metil-6-nitroxinazolin-4-on tarkibidagi nitro guruh SnCl₂·2H₂O ishtirokida qaytarildi va mos ravishdagi 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-on sintez qilindi. Sintez qilingan 2-metil-6-amino-3(H)-xinazolin-4-onni alifatik karbon kislotalar ishtirokida atsillash reaksiyalari olib borildi. Sintez qilingan birikmalarining reaksiya jarayoni va mahsulot unumiga tasir etuvchi omillar aniqlanib eng muqobil sharoitlarda olingan natijalar keltirildi. Sintez qilingan birikmalarining tuzilishi zamonaviy IQ, ¹H, ¹³C YaMR spektroskopiya usullarida aniqlandi.

ADABIYOTLAR:

1. B. Ramua, P. Malles and K. Sudhakar babu. Synthesis, characterization and biological studies of quinazoline based heterocyclic Schiff base and its transition metal complexes. Heterocyclic Letters Vol. 11. No.4. 657-666 pp. August-October 2021
2. Yu.V.Martynenko, M.S.Kazunin, I.S.Nosulenko, G.G.Berest, S.I. Kovalenko, O.M.Kamyshnyi, N.M.Polishchuk. 2-([1,2,4]triazolo[1,5-c]quinazoline-2-yl)-alkyl-(alkaryl-,aryl)-amines and their derivatives. The synthesis of (3H-quinazoline-4-ylidene) hydrazides N-protected aminoacids, using a variety of amine-protecting approaches. Physical-chemical properties and biological activity of synthesized compounds // Zaporozhye medical journal, 2018. Volume 20. No 3. –pp. 413-420.
3. David S.A. Haneen, Rasha S. Gouhar, Heba E. Hashem, Ahmed S. A. Youssef (2019). Synthesis and reactions of 4H-3,1-benzoxazin-4-one derivative bearing pyrazolyl moiety as antimicrobial and antioxidant agents. Synthetic Communications, 1.
4. Vasily N. Osipov, Derenik S. Khachatryan, Alexandr N. Balaev. Biologically active quinazoline-based hydroxamic acids. Medicinal Chemistry Research 2020. Vol. 29, No.5. –pp. 831-845.
5. Susanta Kumar Borthakura., Lakhya Jyoti Konwar., Gayatri Nath., Pabitra Kumar Kalitab., Sukanya Borthakurc. Synthesis of some novel 7-substituted [1,3,4]thiadiazolo[3,2-c][1,3,5]thiadiazine-6,6-dioxides with antifungal evaluation against rice pathogens // Journal of Heterocyclic Chemistry, 2020. Volume 57, Issue 12. –pp. 4210-4214.
6. Khalida Al-Azawi. Synthesis, Characterization and Antioxidant Studies of Quinazolin Derivatives. Oriental Journal of Chemistry. 05 Feb 2016.
7. M. Komar., M. Molnar, M. Jukic, L.G. Obrovac, T.O.Bernardi. Green chemistry approach to the synthesis of 3-substituted-quinazolin-4(3H)-ones and 2-methyl-3-substituted-quinazolin-4(3H)-ones and biological evaluation // Green Chemistry Letters and Reviews, 2020, Volume 13, No. 2. –pp. 93-101.
8. Ashraf A Aly, Esam A. Ishak, Mohamed Ramadan, Mousa O. Germoush, Talaat I. El-Emary, and Nayef S. Al-Muaikelg, Recent Report on Thieno[2,3-d]pyrimidines. Their Preparation Including Microwave and Their Utilities in Fused Heterocycles Synthesis J. Heterocyclic Chem., 2013, 50, –pp. 451-472.
9. Зиядуллаев М.Э., Каримов Р.К., Зухурова Г.В., Абдуразаков А.Ш., Сагдуллаев Ш.Ш. (2020). Оптимизация процесса синтеза 6-нитро-3,4-дигидрохиназолин-4-она. Известия высших учебных заведений. Химия и химическая технология, 63(7), С. 48-53.
10. Margaret M.F. Tin (II) chloride // Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis 2015. –pp.1-10.

Annotatsiya. Ushbu tadqiqot ishida 2-metil-3(H)-6-aminoxinazolin-4-onni sintez qilishda 2-aminobenzamid va sirka kislotaning 1:3 nisbatlarda katalizator sifatida komplekslashtirilgan $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ (CAN) dan foydalanilgan. Reaksiya jarayoni 6 soat mobaynida ham erituvchi ham reagent sifatida tanlab olingan sirka kislotaning qaynash haroratida olib borilgan. So'ngra sintez qilingan birikmalarni nitrolovchi aralashma ($\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$) ishtirokida 25-30 °C oralig'ida nitrolab mos ravishdagi 2-metil-3(H)-6-nitroxinazolin-4-on hamda kislotali sharoitda (HCl) qaytaruvchi reagent sifatida $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ qo'llanilib 2-metil-3(H)-6-aminoxinazolin-4-onlar sintez qilingan. Sintez qilingan 2-metil-3(H)-6-aminoxinazolin-4-on alifatik karbon kislotalar ishtirokida atsillash reaksiyalari olib brilgan. Sintez qilingan birikmalarning xususiy fizik-kimyoviy kattaliklari, reaksiya ximizmi hamda mahsulot unumiga harorat, reagent va substratlarning mol miqdori, reaksiya davomiyligining tasirlari o'rganilgan. Shu bilan birgalikda sintez qilingan geteroxalqali birikmalarning tozaligi hamda tuzilishi zamonaviy fizik-kimyoviy tadqiqot usullari IQ, ^1H , ^{13}C YaMR spektroskopiya usullarida aniqlangan natijalar tahlili keltirilgan.

Kalit so'zlar: 3(H)-xinazolin-4-on, geteroxalqali birikma, siklokondensatsiya, nitrolovchi aralashma, biologik faol, sintez, katalizator, harorat, reaksiya davomiyligi, faollantirilgan ko'mir, xromatografiya, spektroskopiya, qayta kristallash.

Ziyadullayev Mirjalol Egamberdi o'g'li

Chirchiq davlat pedagogika universiteti, k.f.f.d. (PhD). Chirchiq sh.
"Alfraganus university" Nodavlat oliy ta'lim tashkiloti, k.f.f.d. (PhD).

Karimov Rixsiboy Kuchkarovich

Toshkent kimyo texnologiya instituti, t.f.n., prof. Toshkent sh.

Shomansur Shoxsaidovich Sagdullayev

O'simlik moddalari kimyosi instituti, t.f.d., prof. Toshkent sh.