

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
ПИИИ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 8.771
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

SOI: [1.1/TAS](#) DOI: [10.15863/TAS](#)

International Scientific Journal Theoretical & Applied Science

p-ISSN: 2308-4944 (print) e-ISSN: 2409-0085 (online)

Year: 2022 Issue: 12 Volume: 116

Published: 22.12.2022 <http://T-Science.org>

Issue

Article



Abdurasul Toshtemirov

Termiz State University

Basic doctoral student of the Department of Inorganic and Analytical Chemistry,
190111, Republic of Uzbekistan, Termez, Barkamol Avlod str., 43.

toshtemirova@tersu.uz

Khayit Khudainazarovich Turaev

Termez State University

Doctor of Chemistry, Professor, Dean of the Faculty of Chemistry,
190111, Republic of Uzbekistan, Termez, st. Barkamol Avlod, 43

Abdulakhat Turapovich Jalilov

Stat Unitary Enterprise Tashkent Scientific Research Institute of Chemical Technology
director, doctor of chemistry, professor, Academician of the Academy of Sciences of the Republic of
Uzbekistan, Uzbekistan, Tashkent region, Zangiata district, P/o Shuro-bazaar

Ibrahim Amonovich Umbarov

Termiz State University

Dean of the Faculty of Architecture and Construction

Doctor of Technical Sciences, Associate Professor

190111, Republic of Uzbekistan, Termez, st. Barkamol Avlod, 43

Dilnoza Ochilova

Termiz State University

3rd year student of the Faculty of Chemistry

190111, Republic of Uzbekistan, Termez, st. Barkamol Avlod, 43

SYNTHESIS AND INVESTIGATION OF LIGANDS BASED ON BENZOTRIAZOLE AND THIOCARBAMIDE

Abstract: A new ligand based on benzotriazole and thiourea was synthesized and its conditions were studied. We checked whether the composition and structure of the ligand formed by changing the molar ratio of the initial substances entering into the reaction, properties, and features of the dependence of the product yield on the pH value depended. The ligand resulting from the reaction was also analyzed by IR spectroscopy and differential scanning calorimetry (DSC) analysis.

Key words: Benzothiazole, thiourea, synthesis, ligand, thermogravimetry, IR spectroscopy, differential scanning calorimetry.

Language: Russian

Citation: Toshtemirov, A., et al. (2022). Synthesis and investigation of ligands based on benzotriazole and thiocarbamide. *ISJ Theoretical & Applied Science*, 12 (116), 687-691.

Soi: <http://s-o-i.org/1.1/TAS-12-116-57> **Doi:**  <https://dx.doi.org/10.15863/TAS.2022.12.116.57>

Scopus ASCC: 1600.

СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ ЛИГАНДОВ НА ОСНОВЕ БЕНЗОТРИАЗОЛА, ТИОКАРБАМИДА

Impact Factor:

ISRA (India) = 6.317
ISI (Dubai, UAE) = 1.582
GIF (Australia) = 0.564
JIF = 1.500

SIS (USA) = 0.912
РИИЦ (Russia) = 3.939
ESJI (KZ) = 8.771
SJIF (Morocco) = 7.184

ICV (Poland) = 6.630
PIF (India) = 1.940
IBI (India) = 4.260
OAJI (USA) = 0.350

Аннотация: Синтезирован новый лиганд на основе бензотриазола и тиомочевины и изучены его условия. Проверяли, зависят ли состав и строение лиганда, образующегося при изменении мольного соотношения исходных веществ, вступающих в реакцию, свойства, особенности зависимости выхода продукта от значения pH. Лиганд, образовавшийся в результате реакции, также анализировали с помощью ИК-спектроскопии и анализа дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

Ключевые слова: Бензотриазол, тиомочевина, синтез, лиганд, термогравиметрия, ИК-спектроскопия, дифференциальная сканирующая калориметрия.

Введение

Обогащенные азотом гетероциклические лиганды всегда имели большое значение в области координационной химии, поскольку они играют решающую роль в придании важных химических, окислительно-восстановительных, магнитных и фотофизических свойств образующимся комплексам переходных металлов..[1]

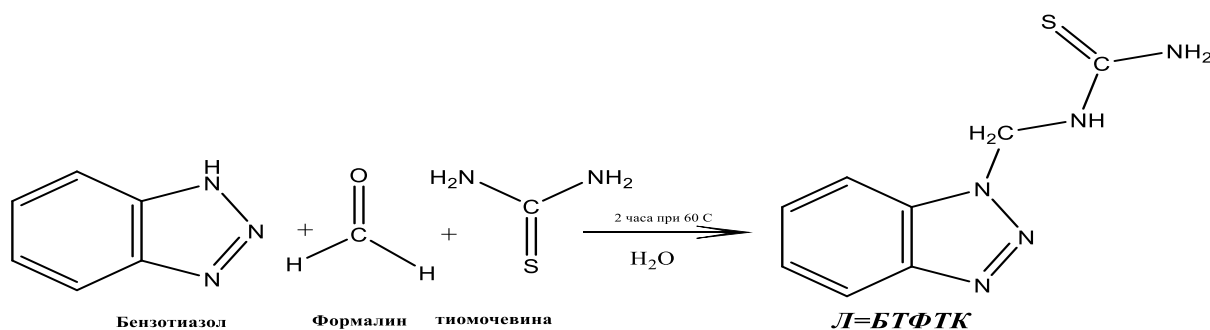
Бензотриазол — широко используемое гетероциклическое соединение в органической и неорганической химии [2]. Он принадлежит к общему классу азолов, наряду с гетероциклическими соединениями, такими как пиразол, имидазол, 1,2,3-триазол, 1,2,4-триазол и тетразол [3]. Бензотриазол содержит бензольное кольцо, соединенное с пятиазольным ароматическим кольцом, содержащим 1,2,3-триазольный фрагмент [4]. Бензотриазол может существовать в двух изомерных формах, 1Н- и 2Н- (формы А и В соответственно). Спектроскопические исследования подтверждают, что 1Н-изомер бензотриазола стабилен.[5-7]

Синтез производных бензотриазола относится к концу 19 века. Это было показано Зининым в 1860 г. в его статьях о нитровании азоксибензола. Таким способом в настоящее время получают бензотриазол. [8]

Среди химиков-органиков бензотриазол является одним из важных веществ для органического синтеза. Бензотриазол представляет собой бесцветные или белые (иногда более темные, вплоть до коричневого) кристаллы игольчатой формы. Хорошо растворим в спирте, бензоле, толуоле, метаноле, практически нерастворим в воде. Его разжижение происходит при температуре 96-98,5 °С, самовозгорание происходит при температуре 210 °С [9]. Он также дешев и прост в синтезе. Что наиболее важно,

бензотриазол проявляет как электронодонорные, так и электроноакцепторные способности; это слабая кислота ($pK_a = 8,2$), отдающая протон, или очень слабое основание, принимающее протон с помощью не поделенной пары электронов, присутствующей на атомах азота. Таким образом, он растворим в водном растворе Na_2CO_3 , а также в HCl , это означает, что его можно легко отделить от реакционной смеси. Благодаря этим свойствам бензотриазол и его производные широко используются в качестве сырья для многих реакций и синтезов в синтетической органической химии. Связанная с этим работа Катрицкого заслуживает особого упоминания, так как его группа написала более 600 исследовательских работ за три десятилетия, а также множество статей и книг в этой области. [10]

Экспериментальная часть. Бензотриазол (0,1 моль, 11,9 г) помещали в плоскодонную колбу на 200 мл. Затем добавляли 100 мл дистиллированной воды и добавляли тиомочевину (0,1 моль, 7,6 г) и перемешивали в течение 20 минут. Перемешивание проводили сначала при комнатной температуре, а затем при 90-95°C до образования суспензии белого цвета. Реакционную среду делали слабощелочной. К реакционной смеси при комнатной температуре по каплям добавляли раствор формалина (8 мл 37% раствора). После окончания реакции продукт разбавляли водой, образовавшееся твердое вещество собирали на дне колбы, полученный продукт промывали 3-4 раза дистиллированной водой. Полученный лиганд сушили в сушильном шкафу при температуре 40-50°C в течение 2 ч и перекристаллизовывали в этиловом спирте. На основании методов физико-химического анализа было предложено уравнение реакции:



Impact Factor:

ISRA (India)	= 6.317	SIS (USA)	= 0.912	ICV (Poland)	= 6.630
ISI (Dubai, UAE)	= 1.582	ПИИЦ (Russia)	= 3.939	PIF (India)	= 1.940
GIF (Australia)	= 0.564	ESJI (KZ)	= 8.771	IBI (India)	= 4.260
JIF	= 1.500	SJIF (Morocco)	= 7.184	OAJI (USA)	= 0.350

Рисунок 1. Уравнение реакции синтеза лиганда на основе бензотриазола и тиомочевины.

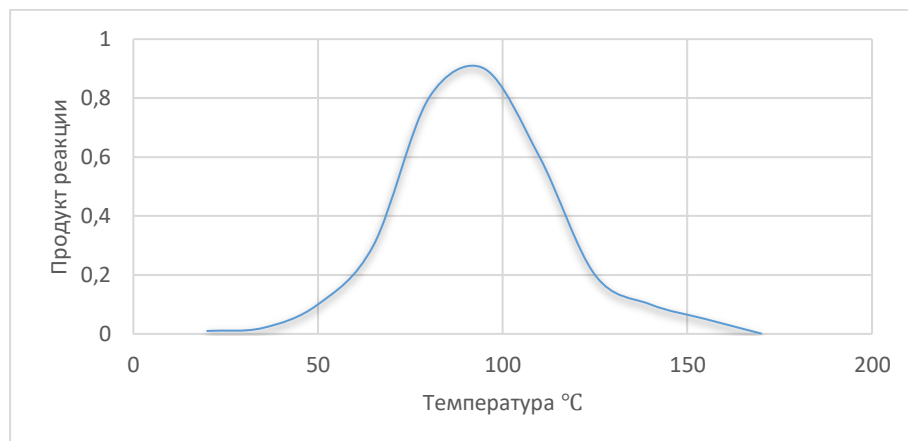


Рисунок 2. График температурной зависимости выхода реакции

Результаты и их обсуждение.

В ИК спектре БТФТК симметричные частоты валентных колебаний, характерные для групп $-\text{CH}_2-$, наблюдаются в области 2850 см^{-1} и асимметричные частоты валентных колебаний для этих групп в области 2926 см^{-1} , область 1150 см^{-1} характерна для $\text{S}=\text{C}$ -группы и площадь 1614 см^{-1} характерна для $-\text{NH}_2$ -групп. Линии

деформационных колебаний активных групп видны в виде сильно суженных линий поглощения при 1450 см^{-1} и характеризуют группы $-\text{CH}_2-$. Линии поглощения при 1305 см^{-1} указывают на присутствие групп $-\text{NH}_2$. Серосодержащие группы $\text{C}=\text{S}$ подтверждаются широкими интенсивными линиями в диапазоне $941\text{—}1072\text{ см}^{-1}$.

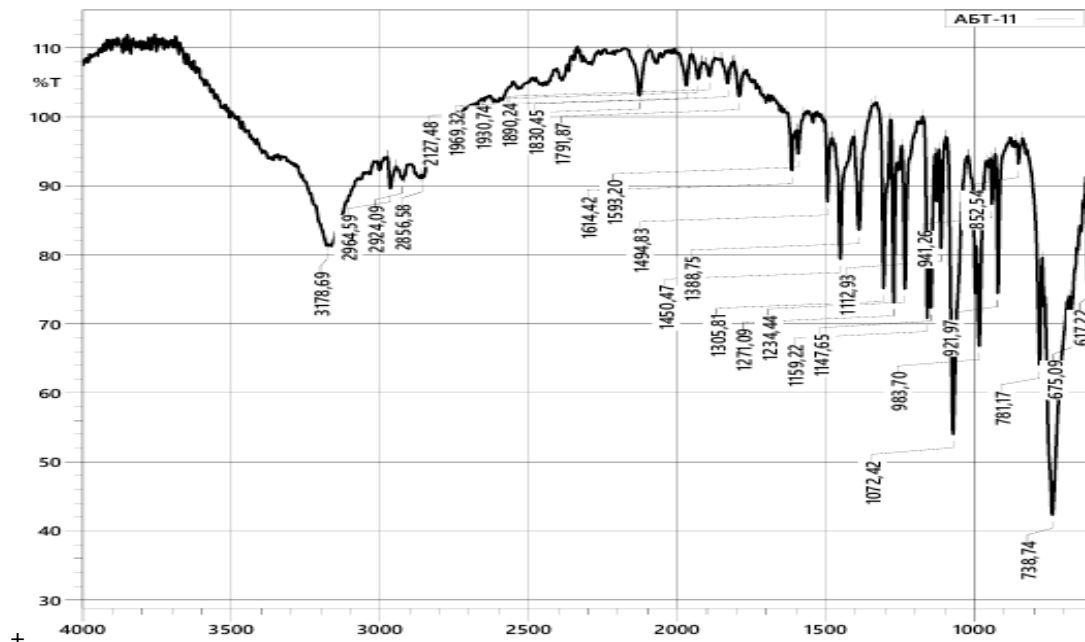


Рисунок 2. ИК-спектральный анализ лиганда БТФТК

Impact Factor:

ISRA (India)	= 6.317	SIS (USA)	= 0.912	ICV (Poland)	= 6.630
ISI (Dubai, UAE)	= 1.582	ПИИЦ (Russia)	= 3.939	PIF (India)	= 1.940
GIF (Australia)	= 0.564	ESJI (KZ)	= 8.771	IBI (India)	= 4.260
JIF	= 1.500	SJIF (Morocco)	= 7.184	OAJI (USA)	= 0.350

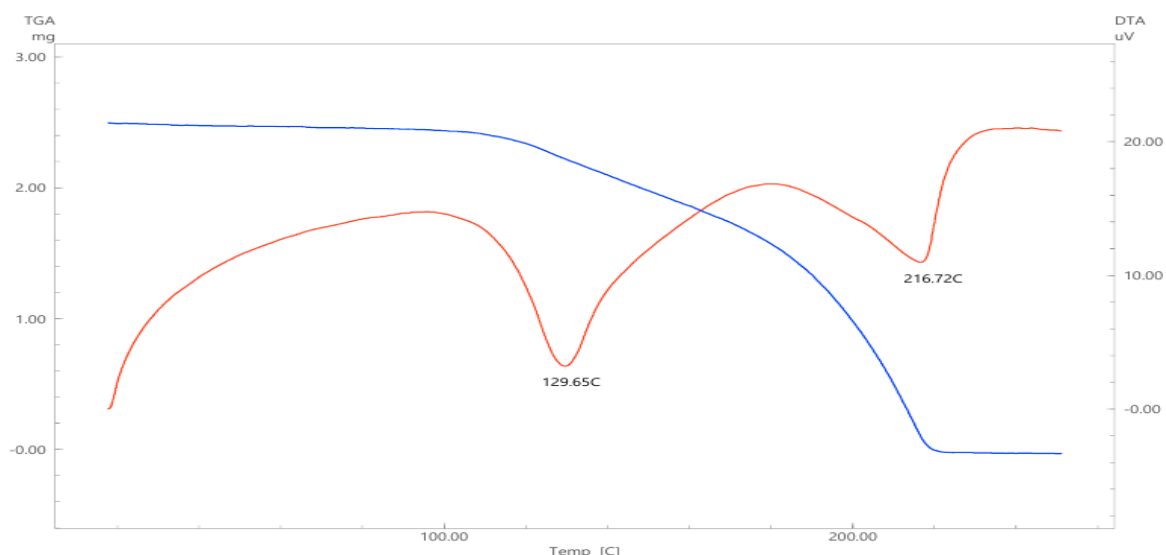


Рисунок 3. Термический анализ лиганда BTFTC

Таблица 1.

Процесс реакции	Продолжительность процесса реакции	Массовое изменение %	Температура °C
Этап 1	8,76 мин	2,125 %	17,83°C-95,3°C
Этап 2	17,45 мин.	35,325 %	95,3°C-180,41°C
Этап 3	24,5 мин.	63,953 %	180,41°C-250,84°C

Заключение: Синтезирован новый лиганд на основе бензотриазола и тиомочевины, изучены его физико-химические исследования, на их основе

предложены уравнения реакций, изучено влияние образующегося лиганда на соли металлов.

References:

- Pandey, S., Mandal, T., & Mandal, S. K. (2022). Probing the strong electron-acceptor property of pyridine-appended 1, 2, 3-benzotriazole ligand in tris-homoleptic Ru (II) and Fe (II) complexes. *Polyhedron*, 226, 116109.
- Pereira, C. M., Stefani, H. A., Guzen, K. P., & Orfao, A. T. (2007). Improved synthesis of benzotriazoles and 1-acylbenzotriazoles by ultrasound irradiation. *Letters in organic chemistry*, 4(1), 43-46.
- Tomas, F., & Abboud, J. L. (1989). M, Laynez J, Notario R, Santos L, Nilsson SO, Catalan J, Claramunt RM, Elguero J. J. *Am. Chem. Soc*, 111, 7348.
- Catalan, J., Perez, P., & Elguero, J. (1993). Structure of benzotriazole in the gas phase: a UV experimental study. *The Journal of Organic Chemistry*, 58(19), 5276-5277.
- Roth, W., Spangenberg, D., Janzen, C., Westphal, A., & Schmitt, M. (1999). The relative stabilities of benzotriazole tautomers determined by a rotational band contour analysis of the N-H stretching vibration. *Chemical physics*, 248(1), 17-25.
- Roth, W., Spangenberg, D., Janzen, C., Westphal, A., & Schmitt, M. (1999). The relative stabilities of benzotriazole tautomers determined by a rotational band contour analysis of the N-H stretching vibration. *Chemical physics*, 248(1), 17-25.
- Larina, L. I., & Milata, V. (2009). ¹H, ¹³C and ¹⁵N NMR spectroscopy and tautomerism of

Impact Factor:	ISRA (India)	= 6.317	SIS (USA)	= 0.912	ICV (Poland)	= 6.630
	ISI (Dubai, UAE)	= 1.582	ПИИИ (Russia)	= 3.939	PIF (India)	= 1.940
	GIF (Australia)	= 0.564	ESJI (KZ)	= 8.771	IBI (India)	= 4.260
	JIF	= 1.500	SJIF (Morocco)	= 7.184	OAJI (USA)	= 0.350

- nitrobenzotriazoles. *Magnetic Resonance in Chemistry*, 47(2), 142-148.
8. Zinin, N. (1860). Ueber einige Derivate des Azoxybenzids. *Journal für Praktische Chemie*, 79(1), 456-465.
 9. Monbaliu, J. C. M. (2016). *The chemistry of benzotriazole derivatives*. Springer International Publishing.
 10. Scriven, E. F., & Ramsden, C. A. (2017). Heterocyclic chemistry in the 21st century: a tribute to Alan Katritzky.

Impact Factor:	ISRA (India)	= 6.317	SIS (USA)	= 0.912	ICV (Poland)	= 6.630
	ISI (Dubai, UAE)	= 1.582	ПИИИ (Russia)	= 3.939	PIF (India)	= 1.940
	GIF (Australia)	= 0.564	ESJI (KZ)	= 8.771	IBI (India)	= 4.260
	JIF	= 1.500	SJIF (Morocco)	= 7.184	OAJI (USA)	= 0.350
