

STUDYING THE AMOUNT OF CO(II) SALT AND OXADIAZOLE DERIVATIVE IN WATER USING SEM-EDX METHOD

Z. Z. Yaxshiyeva

DcS, professor

Jizzakh State Pedagogical University

Jizzakh, Uzbekistan

S. R. Razzakova

Ph.D., Associate Professor

National University of Uzbekistan

Tashkent, Uzbekistan

G. B. Karabaeva

researcher

Jizzakh State Pedagogical University

Jizzakh, Uzbekistan

ABOUT ARTICLE

Key words: oxadiazole and pyridyl, cobalt ion, complex compounds, scanning electron microscopy.

Received: 11.04.23

Accepted: 13.04.23

Published: 15.04.23

Abstract: The article presents the composition, structure and properties of complex compounds of Co(II) salt with oxadiazole derivatives using modern physico-chemical methods: elemental analysis, IR-spectroscopy, scanning electron microscopy, thermal, X-ray phase analysis, diffusion reduction electron spectra. Depending on the procedure of synthesis of complex compounds, coordination of 5-4-pyridyl-1,3,4-oxadiazol-2-thione oxadiazole and pyridyl rings through nitrogen atoms was determined.

СУВЛАРДА СО(II) ТУЗЛАРИНИНГ ОКСАДИАЗОЛ ҲОСИЛАСИ БИЛАН МИҚДОРНИ SEM-EDX МЕТОДИ ЁРДАМИДА ЎРГАНИШ

З. З. Яхшиева

к.ф.д., проф

Жиззах давлат педагогика университети

Жиззах, Ўзбекистон

С. Р. Раззоқова

к.ф.н., доц.

Ўзбекистон Миллий университети

Тошкент, Ўзбекистон

Г. Б. Карабаева

таъин докторант

Жиззах давлат педгогика университети

Жиззах, Ўзбекистон

МАҚОЛА ҲАҚИДА

Калит сўзлар: оксадиазол ва пиридил, кобальт иони, комплекс бирикмалар, сканерловчи электрон микроскопия.

Аннотация: Мақолада Со(II) тузларининг оксадиазол ҳосиласи билан комплекс бирикмаларнинг таркиби, тузилиши ва хоссалари замонавий физик-кимёвий усуллар: элементар анализ, ИҚ-спектроскопия, сканерловчи электрон микроскоп, термик, рентген фазали таҳлиллар, диффузион қайтарилишнинг электрон спектрлари келтирилган. Комплекс бирикмаларни синтез қилиш тартибига қараб, 5-4-пиридил-1,3,4-оксадиазол-2-тион оксадиазол ва пиридил ҳалқаларининг азот атомлари орқали координатция кетиши аниқланди.

ИЗУЧЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА СОЛИ СО(II) И ПРОИЗВОДНОГО ОКСАДИАЗОЛА В ВОДЕ МЕТОДОМ SEM-EDX

З. З. Яхшиева

к.т.н., проф.

Джиззакский государственный педагогический университет

Джиззак, Узбекистан

С. Р. Раззакова

к.т.н., доц.

Национальный университет Узбекистана

Ташкент, Узбекистан

Г. Б. Карабаева

Исследователь

Джиззакский государственный педагогический университет

Джиззак, Узбекистан

О СТАТЬЕ

Ключевые слова: оксадиазол и пиридил, ион кобальта, комплексные соединения, сканирующая электронная микроскопия.

Аннотация: В статье представлены состав, строение и свойства комплексных соединений соли Со(II) с производными оксадиазола с использованием современных физико-химических методов: элементного анализа, ИК-спектроскопии, сканирующей электронной микроскопии, термического, рентгенофазового анализа, диффузионно-восстановительного электронного анализа. спектры. В зависимости от методики синтеза комплексных соединений установлена координация 5-4-пиридил-1,3,4-

КИРИШ

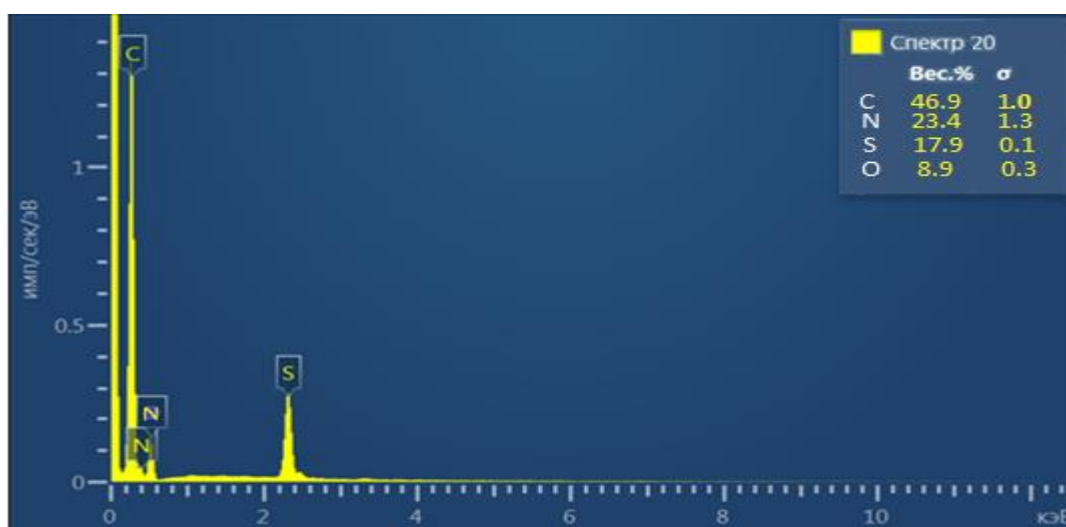
Ҳозирги вақтда материалларни таҳлил қилишда кучли техника – бу сканерловчи электрон микроскоп (SEM) ҳисобланади. Бу усулда замонавий сирт ингишча электрон нурлари билан сканердан ўтказилади. Натижада пайдо бўлган электрон бомбардибон қилиниб иккиламчи электроннинг чиқишига, юқори энергияли бирламчи электронларнинг тескари тарқалишига ва элементларнинг ўзига хос рентген нурларнинг пайдо бўлишига олиб келади. SEM детекторлари фақат намунанинг юқори наноометрларидан келиб чиққан ҳолда кам энергияли иккиламчи электронларни йиғади. Бу эса жуда яхши пикларни мукамал ранг тасвирларини беради.

АСОСИЙ ҚИСМ

SEM усули бошқа усулларга нисбатан кўплаб ютуқларга эга. Жумладан: одатий оптик микроскопия усулига қараганда сканерловчи микроскопия юқори аниқликка ва кўриш имкониятининг катталиги, шунингдек олинган тасвирларнинг тиниқлиги ва таҳлил қилиш осонлиги билан ажралиб туради.

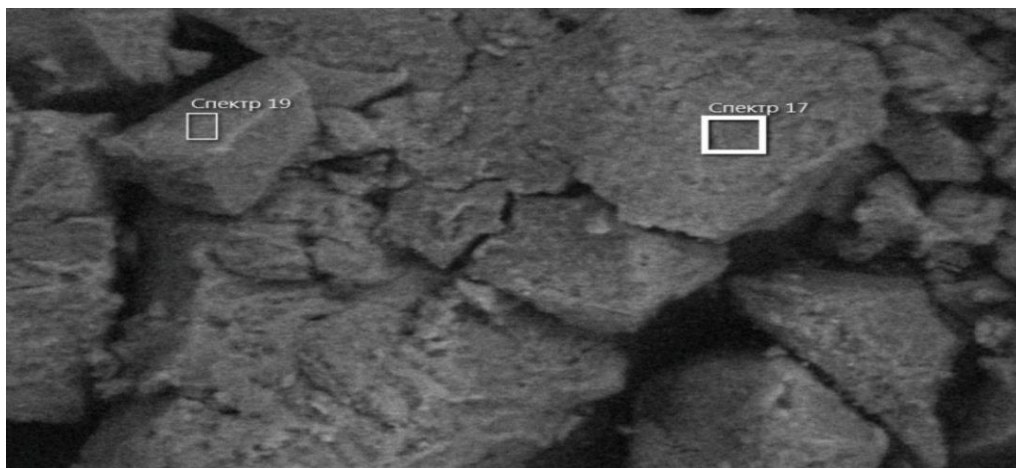
Синтез қилинган лиганд ва комплекслардаги элементларнинг миқдорлари (углерод, азот, кислород, олтингурут ва металл элементлари) SEM-EDX методи ёрдамида анализ қилинди. Лиганд ва унинг асосида олинган комплексларнинг микроструктуралари ва EDX диаграммалари 1-3 расмларда келтирилди.

Анализдан олинган маълумотларда лиганд таркибидаги C, N, O ва S элементларининг массага нисбатан фоиз концентрациялари тегишли равишда C-46,9%, N-23,4%, O-8,9% ва S -17,9% ни ташкил этди (1-расм). Келтирилган натижага асосланиб лиганд таркибини $C_7N_3H_5OS$ формуласи билан ифодалаш мумкин.

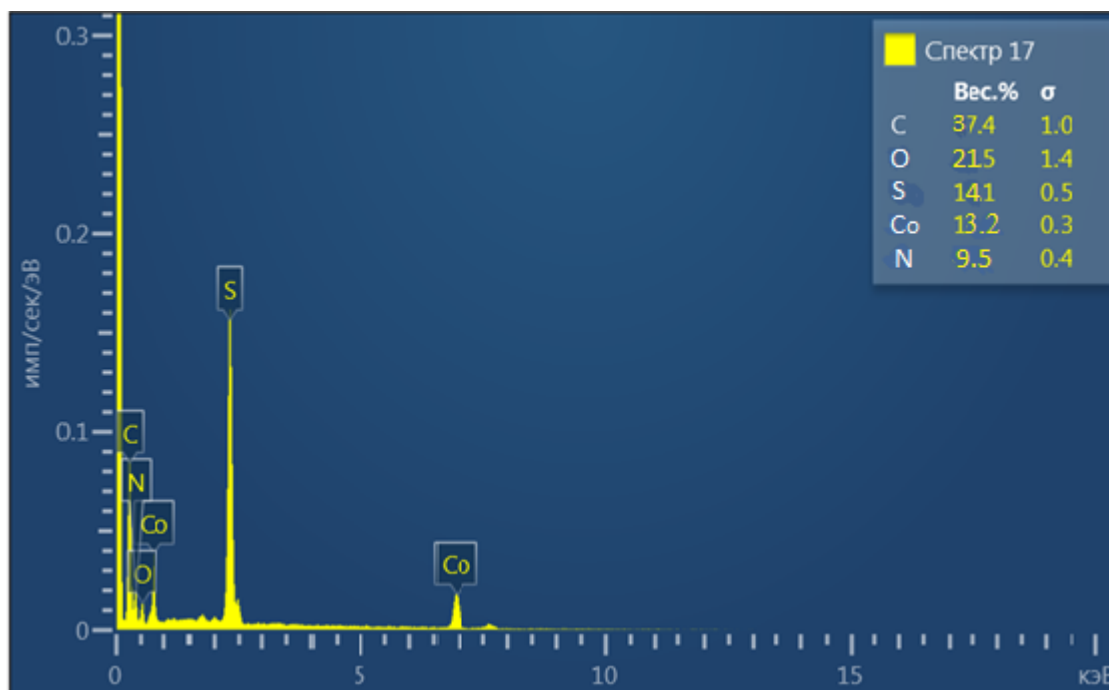


1-расм. Лиганд 5-(4-пиридил)-1,3,4 оксадиазол-2-тионнинг EDX диаграммаси.

$\text{Co}(\text{Cl})_2$ асосида олинган комплекс таркибидаги Co, C, N, O ва S элементларининг массага нисбатан фоиз концентрациялари тегишли равишда Co-13,2%, C-37,4%, N-9,5%, O-21,5% ва S-14,6% ни ташкил этди. Бу эса $\text{CoC}_{14}\text{N}_6\text{H}_{18}\text{O}_6\text{S}_2$ таркибли брутто формулага тўғри келади. Келтирилган брутто формулага асосланиб комплекс таркибини $[\text{CoL}_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ формуласи билан ифодалаш мумкин.



2-расм. $[\text{CoL}_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ комплекс бирикмасининг микроструктураси.



3-расм. $[\text{CoL}_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ комплекс бирикмасининг EDX диаграммаси.

Co(II) тузларининг 5-(4-пиридил)-1,3,4 оксадиазол-2-тион билан комплекс бирикмаларнинг термик барқарорлигини ва таркибида сув молекулалари мавжудлигини аниқлаш мақсадида термик анализ натижалари таҳлил қилинди.

Термик анализ термо аналитик асбоб – дериватографда олиб борилиб, бир вақтнинг ўзида намуна массасининг камайиш тезлиги, комплекснинг парчаланиш массаси ва термик барқарорлиги аниқланади. Термик анализ натижасида комплексларнинг парчаланиши ва

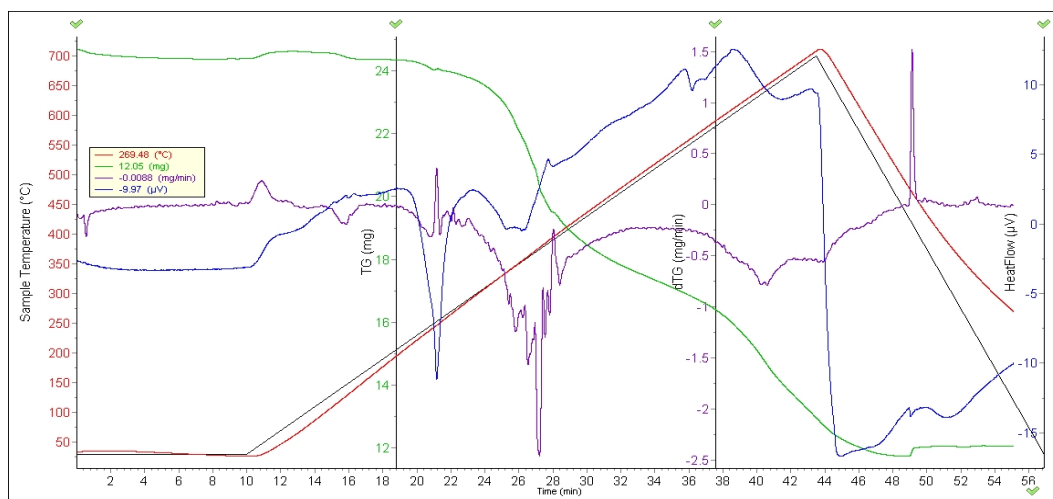
суюқланиши, лигандларнинг координацияланиш сифати ва координацияланмаслиги, комплексларнинг охириги махсулотлари аниқланади.

Термик анализ натижалари: бирикмаларни термик парчаланиш билан боровчи иссиқлик эффекти табиати, температура эффекти интерваллари ва уларнинг табиати, массани фоизларда камайиши 4-6 расмларда келтирилган.

Деакватацияга караганда дегидратация бирмунча куйи температурада боради деб тахмин қилинади. Чунки Ван-дер-ва-альс кучига қарши иш координацион боғ узилишига караганда кам энергия сарфлашни талаб қилади. Кристаллогидрат ва ички сферадаги сувнинг ажралиши бирмунча кенг температура оралиғида боради, шунинг унинг амалий жиҳатдан сув ажралиб чиқа бошлаш температурасини аниқлаб бўлмайди. Ўрганилган комплекслар учун парчаланиш жараёнининг бориши 120-134°C соҳаларда намоён бўлади, бу эса комплекс таркибидаги кристаллизацион сув молекуласига тўғри келади.

Синтез қилинган комплекс бирикмаларнинг термик анализи асосида хулоса қилиш мумкинки, комплекс бирикмалар 50-700°C интервал оралиғидаги ҳароратда парчаланаяди. Ўрганилган комплекслар учун 120-134°C температурада эндотермик эффектларнинг кузатилиши комплекс таркибидаги сув молекуласининг ажралишига тўғри келади. Бу эса, комплекс бирикмалар таркибидаги кристаллизацион сув борлиги билан тушунтирилади.

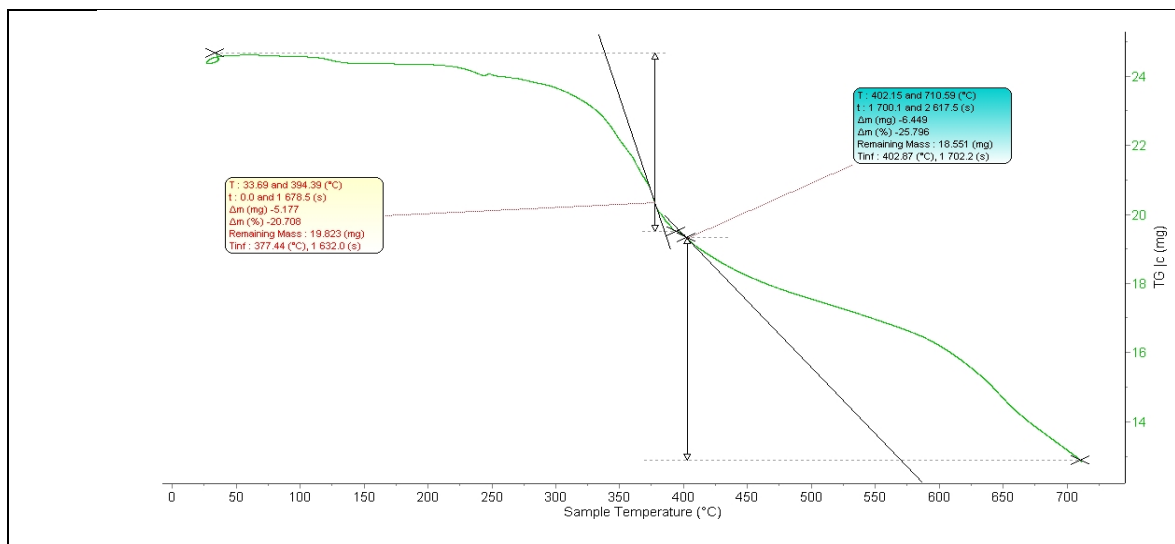
5-(4-пиридил)-1,3,4-оксадиазолин-2-тион молекуласи дериватограммаси 33-расмда келтирилган бўлиб, у 4 та эгри чизикдан иборат. Дифференциал термогравиметрик анализ эгри чизиги (ДТГА) (2-эгри чизик) таҳлили шуни кўрсатадики, ДТГА эгри чизиги асосан 2 та интенсив парчаланаядиган температура оралиғида амалга ошади. 1-парчаланиш оралиғи 103-257°C температурага, 2-парчаланиш оралиғи эса 260-674°C температурага мос келади. Таҳлиллар шуни кўрсатадики, 2-парчаланиш оралиғида интенсив парчаланиш жараёни содир бўлади. Бу ораликда парчаланишнинг миқдори, яъни парчаланишнинг 19,3 % амалга ошади.



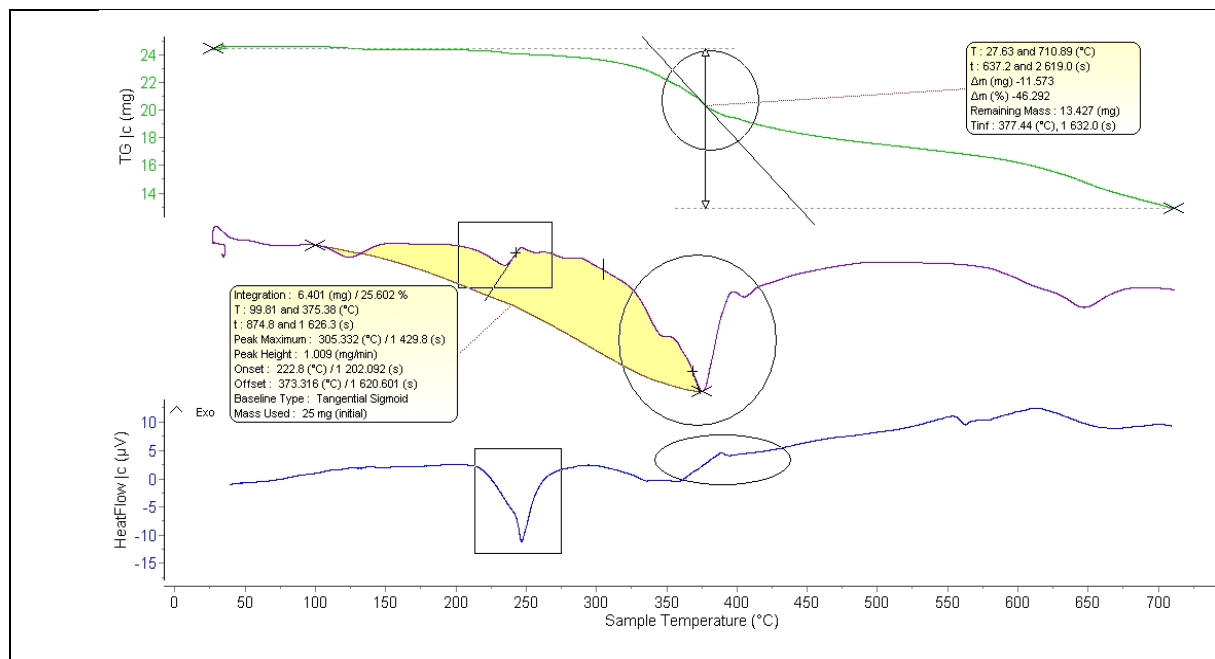
4-расм.5-(4-пиридил)-1,3,4-оксадиазолин-2-тионнинг дериватограммаси.

1-Температура эгри чизиғи; 2- дифференциал термогравиметрик анализ эгри чизиғи (ДТГА); 3- дифференциал термогравиметрик анализ эгри чизиғининг ҳосиласи (ДТГП); 4- ДСК эгри чизиғи.

5-(4-пиридил)-1,3,4оксадиазолин-2-тионнинг ДТГА ва ДСК эгри чизиғи натижасидан кўринадики, асосий масса йўқолиши 110-680 °C оралиғида кечади унда асосий массанинг 46,2 %, яъни массанинг 11,2 мг йўқолади.

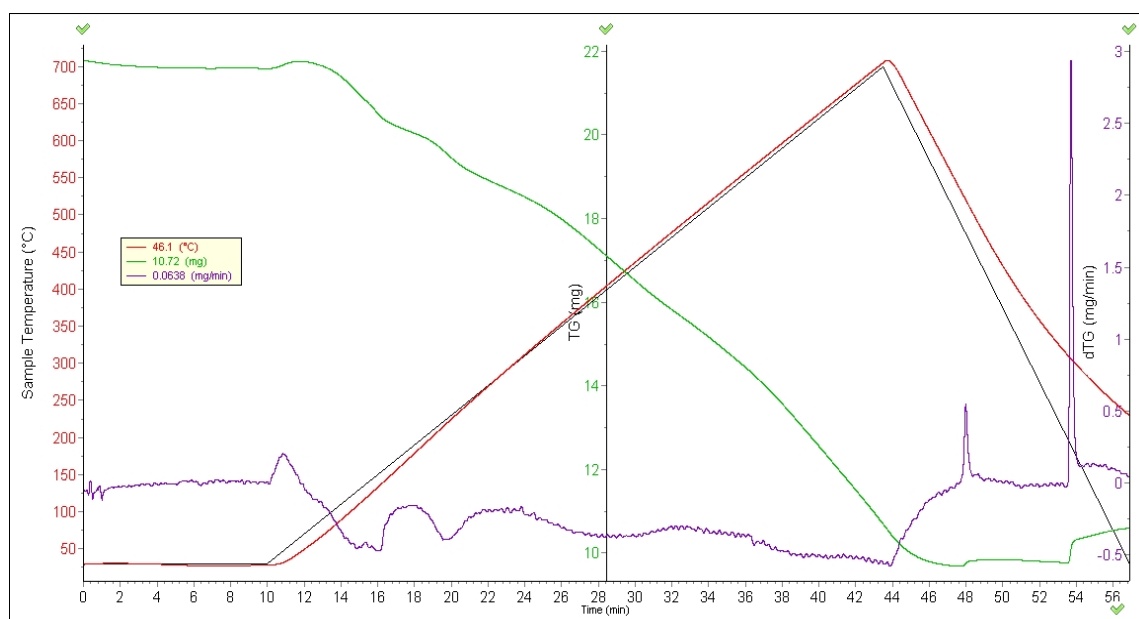


5-расм. 5-(4-пиридил)-1,3,4оксадиазолин-2-тионнинг термогравиметрик эгри чизиғи.



6-расм. 5-(4-пиридил)-1,3,4 оксадиазолин-2-тионнинг умумий таҳлили.

$[\text{CoL}_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ таркибли комплекснинг дериватограммаси 4 та эгри чизикдан иборат. Дифференциал термогравиметрик анализ эгри чизиғи таҳлили шуни кўрсатадики, ДТГА эгри чизиғи асосан 2 та интенсив парчаланиш температура оралиғида амалга ошади.

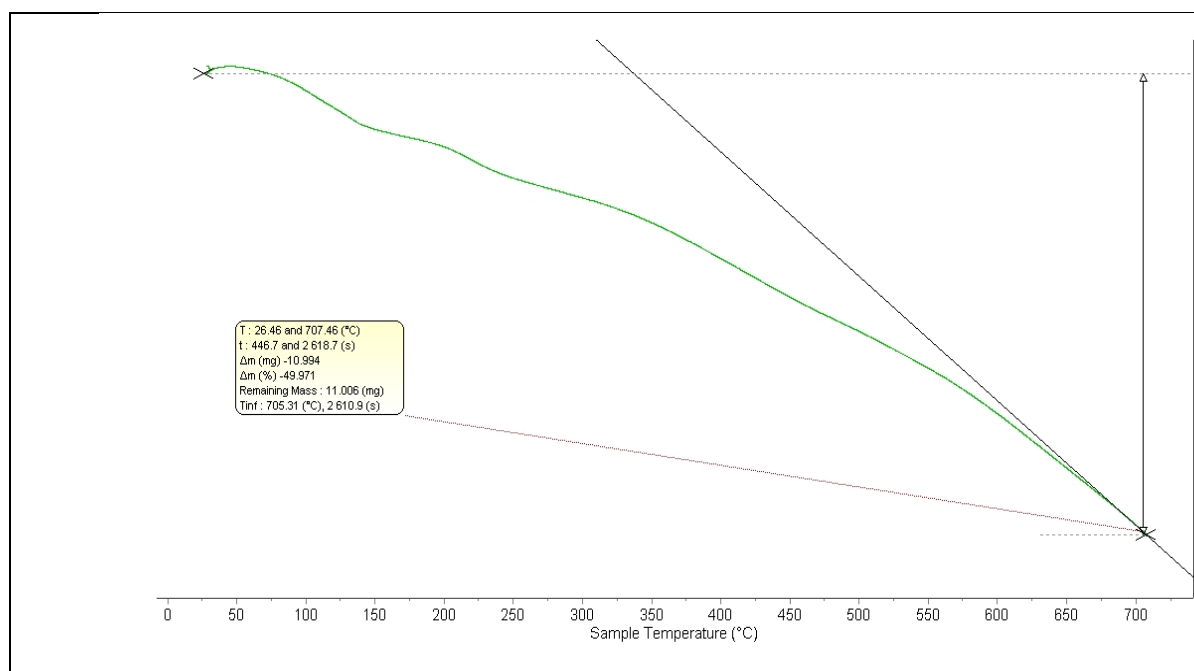


7-расм. $[\text{CoL}_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ комплексининг дериватограммаси

Биринчи парчаланиш оралиғи $83\text{--}215^\circ\text{C}$ температурага, иккинчи парчаланиш оралиғи эса $245\text{--}624^\circ\text{C}$ температурага мос келади. Бу дериватографик тадқиқотлар натижаларига кўра, иккинчи парчаланиш $95\text{--}673^\circ\text{C}$ оралиғида кечади унда асосий массанинг $49,9\%$, яъни массанинг $10,9$ мг йўқолади. Бу моддада барқарорлик анча ошган яъни 673°C модданинг массаси камайиб боришини кўришимиз мумкин. Биринчи парчаланиш оралиғида интенсив парчаланиш жараёни содир бўлади. Бу оралиқда парчаланишнинг $40,3\%$ амалга ошади.

ХУЛОСА

Таҳлил натижалари шуни кўрсатадики, ҳарорат 673°C дан кўтарилгандан кейин массанинг йўқотилиши $49,9\%$ ни ташкил этади ва ўзгаришсиз қолади.



8-расм. $[\text{CoL}_2(\text{H}_2\text{O})_4] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ комплексининг термогравиметрик чизиғи.

Физик-кимёвий тадқиқотлар натижалари асосида синтез қилинган комплекс бирикмаларнинг тузилиши, лиганднинг таутомер шаклига боғлиқлиги аниқланди.

ФОЙДАЛАНИЛГАН АДАБИЁТЛАР РЎЙХАТИ

1. Ahmed S. M. Al-Janabi1, Saleh A. Ahmed, Shihab A. O. Ahmed Synthesis and characterization of mercury(II) mixed ligands complexes derived from 5-(4-pyridyl)-1,3,4-oxadiazole-2-thione with tertiary phosphines ligands // Kirkuk University Journal-2017 -Vol.12.-P.209-220.
2. Singh N.K., Bharty M.K., Dulare R., Butcher R.J. Synthesis and X-ray crystallographic studies of Ni(II) and Cu(II) complexes of [5-(4-pyridyl)-1,3,4]oxadiazole-2-thione/thiol formed by transformation of N-(pyridine-4-carbonyl)-hydrazine carbodithioate in the presence of ethylenediamine // Polyhedron-2009 –Vol.28.-P.2443-2449.
3. Bharty B. M. K., Kashyap S., Singh U.P., Butcher R.J., Singh N.K. Hg(II) complexes of 4-phenyl-5-(3-pyridyl)-1,2,4-triazole-3-thione and 5-(4-pyridyl)-1,3,4-oxadiazole-2-thione and a Ni(II) complex of 5-(thiophen-2-yl)-1,3,4-oxadiazole-2-thione: Synthesis and X-ray structural studies // Polyhedron-2013, –Vol.50.-P.582-591
4. Ziyaev A.A , Ismailova D.S Biological activity of 5-(2,3,4-pyridyl)-1,3,4-oxadiazole-2-thiones and their derivatives // World Journal of Pharmaceutical Research–2017–Vol.6.-P.52-77.
5. Gudalov, M. (2022). Jizzax viloyati suv resurslaridan foydalanish imkoniyatlari va istiqbollari. Scienceweb academic papers collection.