Journal of Chemistry of Goods and Traditional Medicine

J Chem Good Trad Med, Volume 4, Issue 4, 2025 Chemistry of Goods

VO (II) VA NI (II) LARNING GLUTAR KISLOTASI VA NIKOTINAMID BILAN KOORDINATSION BIRIKMALARI

Gulnoza Ubaydullayevna Pulatova
Toshkent farmatsevtika instituti, Analitik kimyo kafedrasi katta o'qituvchisi
https://orcid.org/0009-0008-2185-7173

Muyassar Fatxullayeva
Toshkent farmatsevtika instituti, Analitik kimyo kafedrasi mudiri, kimyo fanlari nomzodi, professor
https://orcid.org/0000-0002-7138-0501
E-mail: fatxullayeva0108@gmail.com

Aziza Sunnatovna Gaziyeva
Toshkent farmatsevtika instituti, Analitik kimyo kafedrasi dotsenti, PhD
https://orcid.org/0009-0007-9811-0935

Elyor Baxtiyor o'g'li Abdullayev
Toshkent farmatsevtika instituti, Klinik farmatsiya fakulteti 5-kurs talabasi
https://orcid.org/0009-0005-4221-6197

Bobur Ikrom o'g'li Safoqulov
Toshkent farmatsevtika instituti, Klinik farmatsiya fakulteti 4-kurs talabasi
https://orcid.org/0009-0007-4726-6147

Madina Rinatovna Shamsutdinova
Toshkent farmatsevtika instituti, Klinik farmatsiya fakulteti 3-kurs talabasi
https://orcid.org/0009-0006-9193-7510

DOI: https://doi.org/10.55475/jcgtm/vol4.iss4.2025.522

Kalit so'zlar:
Glutar kislotasi, nikotinamid, IQ-spektroskopiya, derivatografiya

Annotatsiya

VO (II) va Ni (II) ning glutar kislotasi va nikotinamid bilan aralash ligandli koordinatsion birikmalari sintez qilindi. Olingan komplekslarning elementar tarkibi va ba'zi fizik-kimyoviy xossalari o'rganildi. Birikmalarning tozaligi va individualligini aniqlash uchun boshlang'ich moddalar va ularning komplekslari rentgenogrammalari olindi. Komplekslar va ligandlarning rentgenogrammalari keskin farqi ularning individualligi va tozaligini ko'rsatdi. IQ-spektroskopiya va termik tahlil yordamida glutar kislota karboksil guruhining kislorod atomlari va nikotinamid orqali karbonil kislorod atomi ishtirokida tetradentat ravishda deprotonlangan shaklda metallga koordinatsiyalanganligi aniqlandi. Komplekslarning polimer tuzilishi tahmin qilindi.

Havola uchun

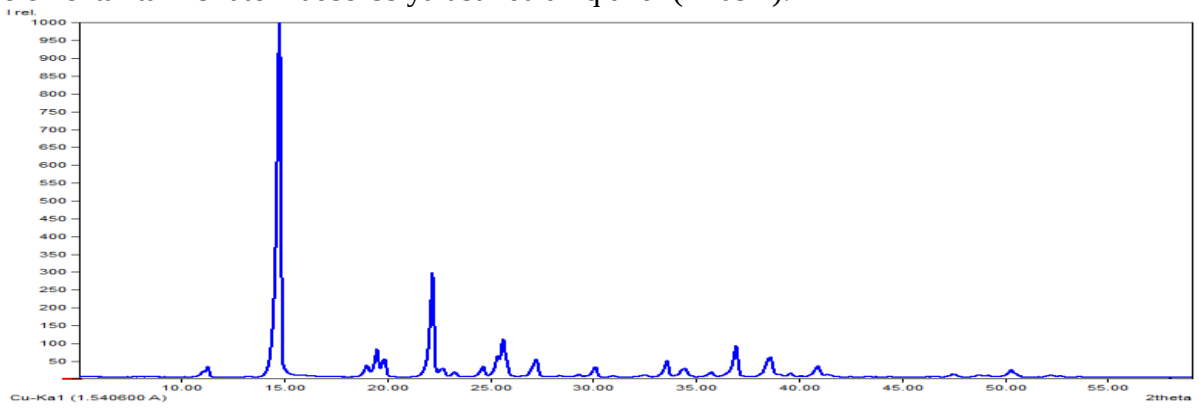
Pulatova, G. U., Fatxullayeva, M., Gaziyeva, A. S., Abdullayev, E. B. o'g'li, Safoqulov, B. I. o'g'li, & Shamsutdinova , M. R. (2025). VO (II) VA Ni (II) LARNING GLUTAR KISLOTASI VA NIKOTINAMID BILAN KOORDINATSION BIRIKMALARI. Tovarlar Kimyosi Va Xalq Tabobati Jurnali, 4(4), 14-37. https://doi.org/10.55475/jcgtm/vol4.iss4.2025.522

Kirish. To'qimalarda mikroelementlar tarkibini fiziologik darajada ushlab turish tananing ichki muhiti uchun zarurdir. Buning sababi shundaki, mikroelementlar organizmda asosan koordinatsion birikmalar shaklida bo'lib, ular, qoida tariqasida, yuqori biologik, terapevtik samaradorlik va xavfsizlikka ega [2,3,5]. Inson tanasida vanadiy glyukoza, xolesterin almashinuvini tartibga solishda, Na^+-K^+-ATF aza, ribonukleaza va boshqa fermentlarning regulyatori, yurak-qon

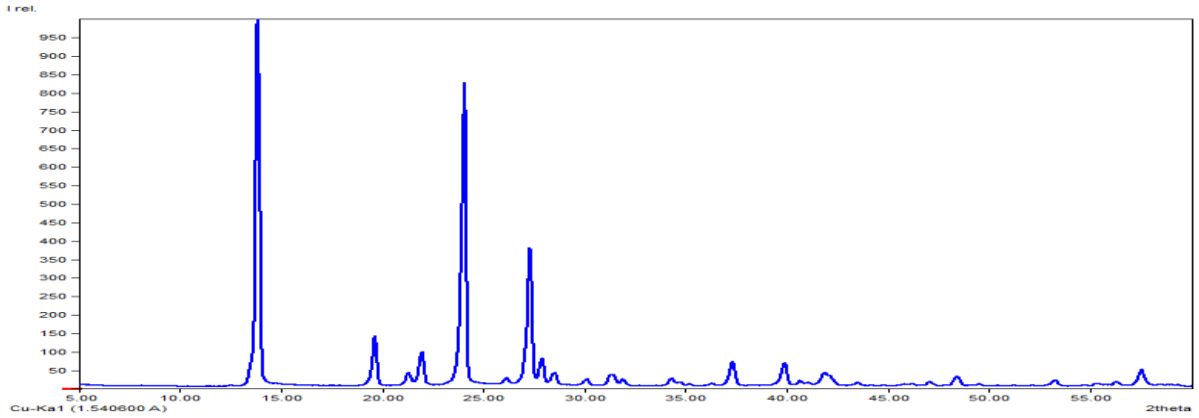
tomir faoliyatini tartibga solishda, suyak to'qimalari bilan bog'lanish va gemoglobin metabolizmini kuchaytirishda ishtirok etadi. Jigar fermentlari tomonidan fosfolipidlarning oksidlanishini katalizlaydi. Ko'z, jigar, buyrak, miyokard va asab tizimining ba'zi funktsiyalariga ta'sir qiladi. Biroq, noorganik metal tuzlari zaharli hisoblanadi, shuning uchun metallarning bioligandlar bilan koordinatsion birikmalariga katta e'tibor berilmoqda, chunki bog'langan metall kamroq zaharli va yuqori biologik faollikka ega [1,4].

Yuqoridagilarga asoslanib, glutar kislota va nikotinamid bilan kam zaharli va yuqori biologik faollikka ega bo'lgan VO (II) va Ni (II) ning aralash ligandli koordinatsion birikmalarini maqsadli sintezi amalga oshirildi.

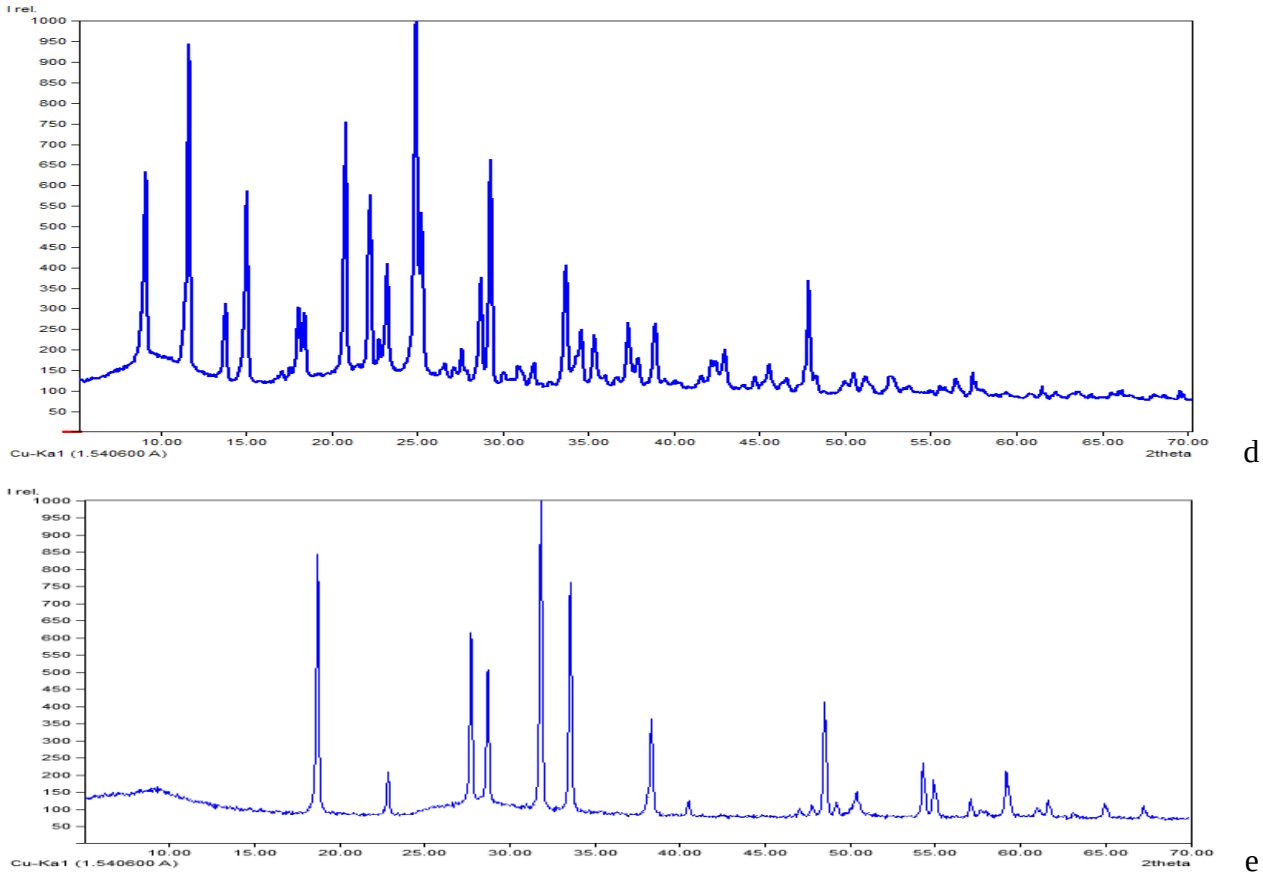
Tadqiqot natijalari. Sintezlangan komplekslarning tozaligi va individualligini aniqlash uchun ularning rentgenogrammalari olingan. Ligandlar va sintezlangan komplekslarning rentgenogrammalari keskin farqlandi, bu ularning individualligi va tozaligini ko'rsatdi (1-rasm). Sintezlangan birikmalarning tarkibi elementar tahlil usuli bilan aniqlandi. Keyin ularning fizik-kimyoviy xossalari o'rganildi. (1,2-jadvallar) Komplekslarning mikrotuzilishi ham o'rganildi va elementar tarkibi atom adsorbsiya usulida aniqlandi (2-rasm).



a



b



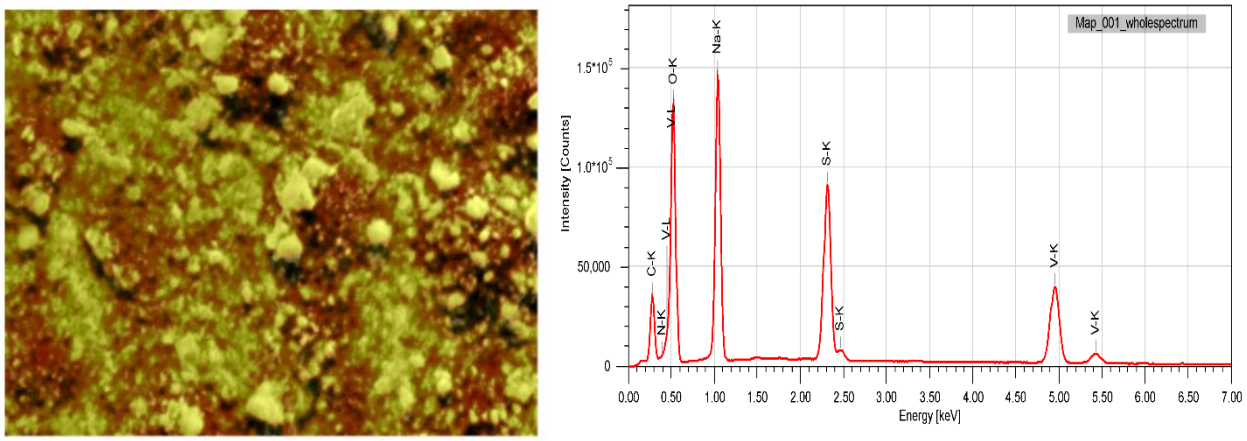
1-rasm. Nikotinamid (a), glutar kislota (b), kompleks birikmalar Ni(ГЛК-2H)$(АНК)_2 \cdot H_2O$ (d) va VO(ГЛК-2H)$(АНК)_2$ (e) rentgenogrammalari.

1-jadval. Kompleks birikmalarning elementar tahlili natijalari

Birikma	Topildi, %			Hisoblandi, %		
	M	N	H_2O	M	N	H_2O
Ni(ГЛК-2H)$(АНК)_2 \cdot H_2O$	13,18	12,57	4,04	13,10	12,49	4,02
VO(ГЛК-2H)$(АНК)_2$	11,62	6,39	-	11,56	6,36	-

2-jadval. Kompleks birikmalarning fizik-kimyoviy xossalari

Birikma	Tsuy. ^0C	Rangi	Unum, %	Eruvchanligi, r/100r suvda
Ni(ГЛК-2H)$(АНК)_2 \cdot H_2O$	238	havorang	71	Erimaydi
VO(ГЛК-2H)$(АНК)_2$	229	botqoq rang	82	Erimaydi

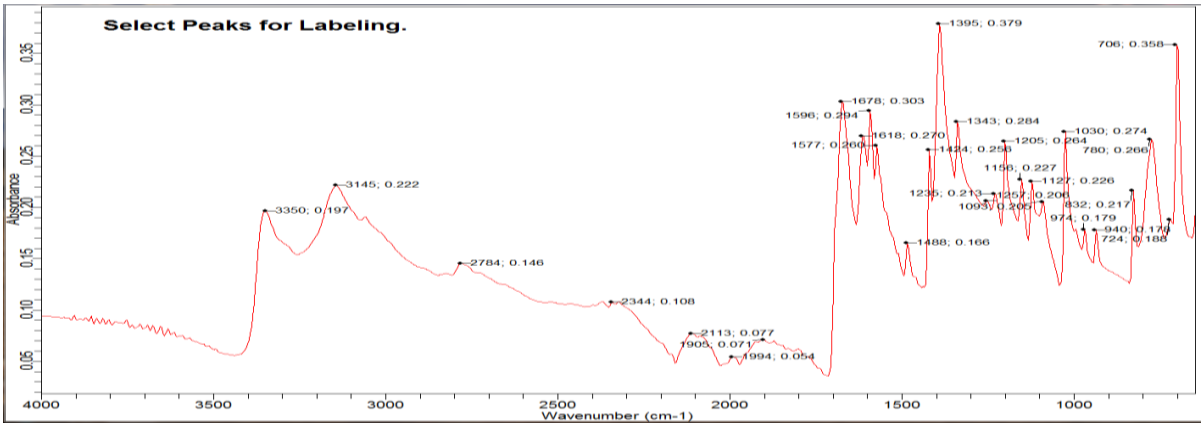


a b

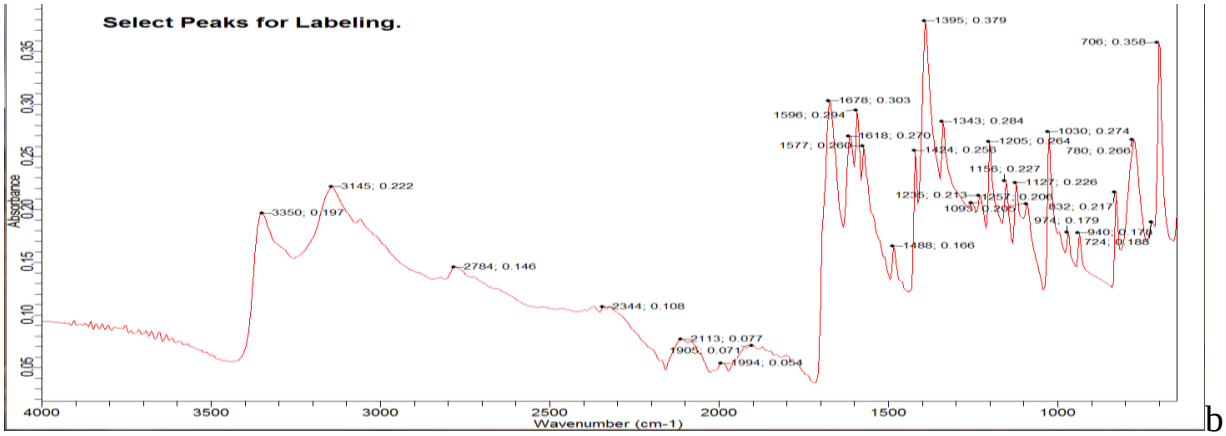
2-rasm. VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ kompleks birikmasining mikrotuzilishi (a) va energiya dispersiv spektri (b)

Glutar kislotasi va nikotinamidning muvofiqlashtirish rejimini, shuningdek sintez qilingan kompleks birikmalarning tuzilishini o'rganish uchun IQ spektroskopiyasi va derivatografik tadqiqotlar qo'llanildi.

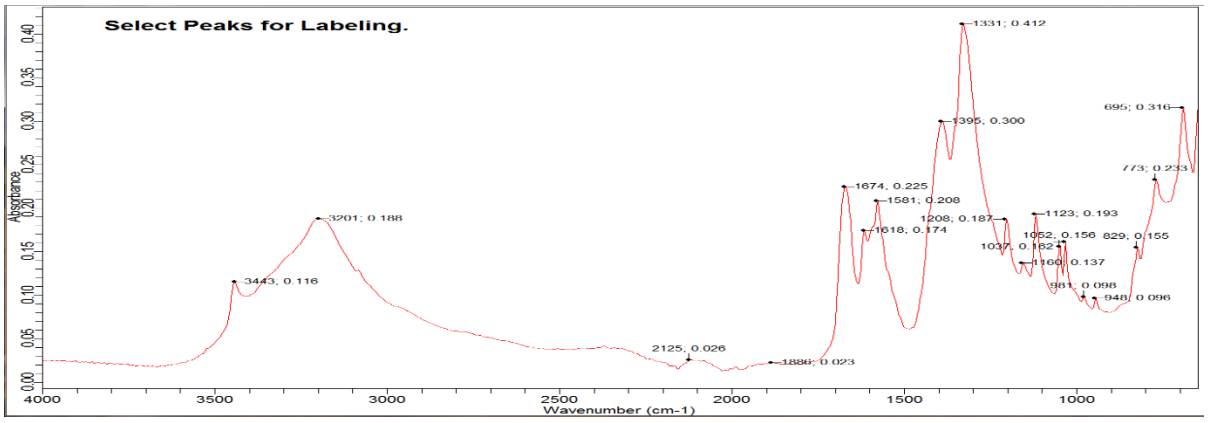
Glutar kislotaning IQ spektrida bir guruh yuzalar kuzatildi, ularning eng yuqori chastotasi 3047 sm^{-1} da υ(OH), qolgan 2955, 2706 va 2600 sm^{-1} diapazonlari esa assimetrik va simmetrik υ(CH$_2$) ga tegishli. 1696 sm^{-1} da intensiv bandni υ (C=O), 1410 sm^{-1} diapazoni - asosan δ(OH), 1206 sm^{-1} diapazoni - υ(C-O) ga nisbat berish kerak. 1434, 1349, 1305, 1264, 1235 va 1162 sm^{-1} diapazonlari mos ravishda CH$_2$ ning qaychi va yelpig'ichsimon tebranishlariga mos keldi. Nikotinamidning IQ yutilish spektri mos ravishda $\upsilon_{as}(NH_2)$, $\upsilon_s(NH_2)$ va υ(CH) ga tegishli bo'lishi mumkin bo'lgan maksimal 3350, 3145 sm^{-1} va yelka 3075 sm^{-1} bo'lgan keng yuzalarni ko'rsatadi. 1678 sm^{-1} da intensiv yuza asosan υ (CO) ga bog'liq bo'lishi kerak, va 1618 sm^{-1} da yutilish δ(NH$_2$) ga bog'liq. Nikotinamidning benzoldagi suyultirilgan eritmasi spektrida $\upsilon_{as}(NH_2)$ va υ(CO) yuzalari mos ravishda 3510 va 1710 sm^{-1} da topilgan [6]. Bu kuchli vodorod bog'larini hosil qilishda aminokislotalar va karbonil guruhlarining ishtirokini tasdiqlaydi. 1596, 1577 va 1488 sm^{-1} diapazonlari geterotsiklik halqaning cho'zilgan tebranishlari bilan bog'liq va 1343 sm-^{1} dagi yuza υ (CN) uchun javobgardir. 1424, 1395, 1257, 1156 va 1127 sm^{-1} da ligand spektrining keyingi chiziqlari δ(CCH) ga tegishli bo'lishi mumkin. δ(NH$_2$) bandi 1093 sm^{-1} da paydo bo'ladi va piridin halqasining deformatsiya tebranishlari chiziqlari 1030 va 974 sm^{-1} da namoyon bo`lgan . Ni(II) va VO(II) ning glutar kislotasi va nikotinamid bilan aralash ligandli komplekslari spektrida assotsiatsiyalangan kislotalarga xos bo'lgan yuzalar yo'qoladi va mos ravishda 1581, 1562 va 1331, 1320 sm^{-1} ga teng intensiv chiziqlar paydo bo'ladi. Bu komplekslardagi ligandning karboksil guruhlari vodorodining metall bilan almashinishini tasdiqlaydi (3-jadval). Komplekslarda karboksilat guruhi ikkita funktsiyani bajaradi: monodentat va bidentat [7]. Komplekslardagi Δυ(COO)= υ_{as}(COO) - υ $_s$(COO) ning qiymati 250-242 sm^{-1} oralig'ida. Ular 3d-metallarning glutar va 3-piridinli monokarbon kislotalar bilan aralash ligand komplekslarining bunday spektrlarining Δυ(COO) qiymatiga amalda teng. Bu birikmalarda glutar kislota tetradentat bo'lishini hisobga olsak, o'rganilayotgan birikmalardagi ligandning o'xshash koordinatsiyasini taxmin qilish mumkin.



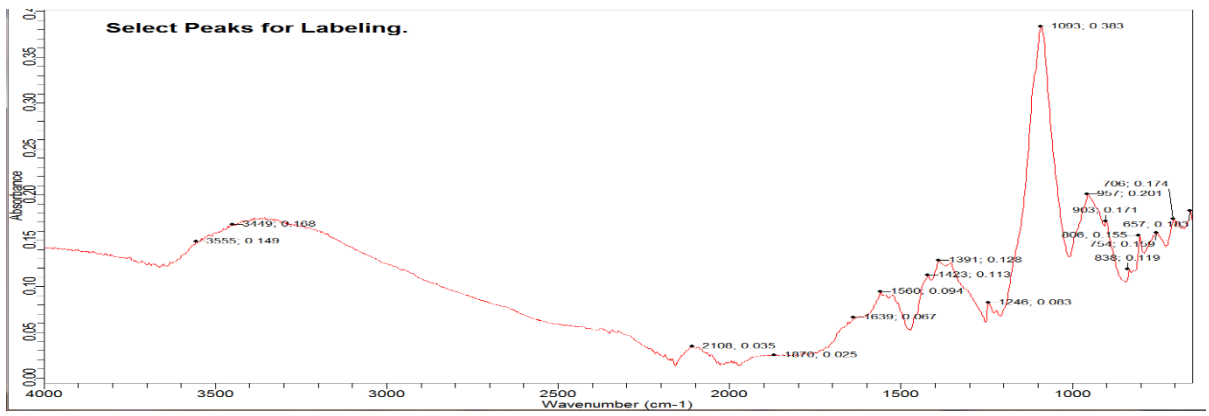
a



b



d



e

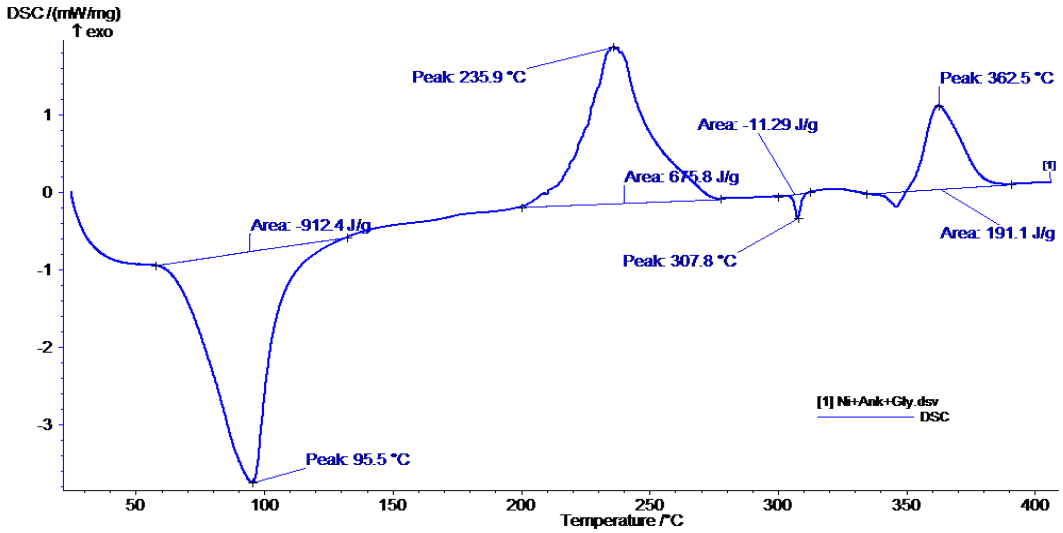
3-rasm. Glutar kislotasi (a), nikotinamid (b), Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ H_2O (d) va VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ (e) kompleks birikmalarining IQ spektrlari

3-jadval. Glutar kislotasi, nikotin kislotasi amidi va ularning VO(II) va Ni(II) bilan aralash ligandli komplekslari IQ spektrlarining ayrim yutilish zonalari chastotalari sm^{-1}.

Birikma	$\upsilon_{as}(NH_2)$ $\upsilon_s(NH_2)$	$\upsilon(C{=}O)$ $\upsilon_{as}(COO)$ υ_s (COO)	$\delta(NH_2)$	υ_{xalqa}	Δ_{xalqa}	$\Delta\delta_{xalqa}$
ГЛК	-	1696	-	-	-	-
АНК	3350 3145	1678	1618	1596 1577	1030 974	-
VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$	3449	1639 1560,1391	1629	1560	1097 957	+67 -17
Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H_2O	3443 3201	1674 1581,1331	1618	1581 1560	1037 948	+7 -29

Nikotinamid, asosan, piridin azot atomi orqali, shuningdek, azot atomi va amid guruhining kislorodi ishtirokida metallga koordinatsiyalanishi mumkin. Biroq, qoida tariqasida, amid guruhining monodentat koordinatsiyasi azot atomi orqali emas, balki kislorod atomi orqali kuzatiladi. Amidlarning bu xususiyati shu guruhdagi azot atomlari tomonidan hosil bo‘lgan bog‘larning elektron bulutlarining holati sp^2 - gibridlanishga yaqin bo‘lishi bilan izohlanadi, shuning uchun azot atomining bo‘linmagan juft elektronlari asosan p-xarakterga ega bo‘lib, C=O qo‘sh π-elektronli buluti bilan kvazi-konyugatsiyaga kirishishi mumkin. Azot atomining elektronlari ko'proq "inert" bo'ladi. Natijada, amidlar azot atomining donorlik qobiliyati pasayadi va amid kislorod atomining bo'linmagan "vakant" elektron juftlari tufayli koordinatsion bog'lanish hosil bo'ladi. Ligand spektridan Ni(II) birikmasi spektriga o‘tganda 3443 sm^{-1} sohadagi $\upsilon_{as}(NH_2)$ yuzasi yuqori chastotali siljishni boshdan kechiradi. 93 sm^{-1} va VO(II) birikmasi holatida bu bandning chastotasi o'zgarishsiz qoladi. $\delta(NH_2)$ bandi 1629, 1618 sm^{-1} sohasida paydo bo'ladi. Bu o'zgarishlar ligandning metallga koordinatsiyasida amid (NH_2) guruhining ishtiroki yo'qligini ko'rsatadi.

Nikotinamidning benzoldagi suyultirilgan eritmasi spektrida C=O ning valentlik tebranish zonasi 1710 sm^{-1} da, komplekslar spektrlariniki esa 1689 va 1674 sm^{-1} da paydo bo'ladi. υ(C=O) bandining 21-36 sm^{-1} ga past chastotali siljishi, ehtimol, karbonil kislorod atomi orqali ligandning amid guruhini koordinatsiyalanish joylarini ko'rsatadi. Halqaning cho'zilgan tebranishlarining chiziqlari ko'pincha NH_2 guruhining deformatsiya tebranishlari chiziqlari bilan bir-biriga to'g'ri keladi va ular koordinatsiyasida azot geteroatomi ishtirokida halqa har doim ham hosil qilmaydi. Piridin halqasining tekis deformatsiya tebranishlarining yuzalari koordinatsiya vaqtida yuqori chastotali sohaga siljiydi. Ammo komplekslar spektrlarida bu chastotalarning o'zgarishi piridin azot atomining koordinatsiyadagi ishtirokiga xos emas (3-jadval).



4-rasm. Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O kompleks birikmasining derivatogrammasi

Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O kompleksining DTA grafigida aks ettirilgan egri chiziqda (4-rasm) 95,5, 307,8 °C da endotermik effektlar mavjud. Dastlabki endo effektida massa yo'qolishi 10% ga yetadi, bu koordinatsiyalanmagan suv molekulasining ketishini bildiradi. 307,8 °C endo effektida ligand parchalanadi. Termoliz tugagandan so'ng, kompleksdagi umumiy massaning kamayishi 86% ga yetadi, bu metall oksidi hosil bo'lishini ko'rsatadi. Kompleksning derivatografik tahlili natijalariga ko'ra, suv molekulasi bir endo effektida ajraladi, bu uning ekstrasferikligini tasdiqlaydi. Yuqorida aytilganlarga asoslanib, VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ va Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O tarkibidagi sintezlangan aralash ligandli kompleks birikmalarida deprotonlangan glutar kislota tetradentatlikni namoyon qiladi va karboksil guruhi kislorod atomlari ishtirokida metallga koordinatsiyalanadi degan xulosaga kelish mumkin. Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O kompleksdagi suv molekulasi tashqi sferada joylashgan. Ligandlarning bunday koordinatsiyasi, ehtimol, komplekslarning polimer tuzilishi bilan amalga oshadi. Komplekslarning bunday tuzilishi tegishli aralash ligandli komplekslarining ilgari biz tomondan aniqlangan glutar va piridin monokarbon kislotalarning 3d metallar bilan aralash ligandli komplekslarining polimer tuzilishi bilan tasdiqlanadi.

Tajriba qism. Murakkab birikmalarni sintez qilish uchun metall nitrat tuzlari, natriy gidroksid, glutar kislota (ГЛК) va "toza" markali nikotinamid (АНК) ishlatilgan.

Ajratib olingan komplekslarning individualligi XRD-6100 kukunli difraktometrida olingan dastlabki modda va kompleks birikmaning rentgenogrammalarini solishtirish orqali o'rganildi. Komplekslarning termik tahlili NETZSCH STA-409 PG termal analizatorida 400°C harorat oralig'ida o'tkazildi.

Metallni miqdoriy aniqlash AA-7000 atom adsorbsion spektrofotometrida (Shimadzu, Yaponiya) amalga oshirildi. Azot Dyuma mikrousuli bilan aniqlandi. Mikrotuzilma tahlili JSM-IT200 elektron mikroskopida (JEOL, Yaponiya) energiya-dispersiv tahlil (SEM-EDX) uchun biriktirma bilan amalga oshirildi.

IQ spektrlari Cary 630 IR Fourier spektrofotometrida 400-4000 sm^{-1} diapazonida (Ftir Agilent Technologies, AQSH) olmos/ZnSe prizmasi bo‘lgan MIRacle-10 qo‘shimchasi bilan to‘liq qayd etilgan (spektral diapazoni shkala bo‘yicha 4000÷400 см$^{-1}$); o'lchamlari - 4 sm^{-1}, sezgirlik signali / shovqin nisbati – 60,000: 1 skanerlash tezligi - soniyada 20 spektr).

Kompleks birikmalarning sintezi Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O va VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ (bu yerda "-H" belgisi deprotonlangan ligandni bildiradi) quyidagicha amalga oshirildi: 0,004 mol glutar kislota 5 ml 0,008 mol natriy gidroksidi bo'lgan suvli eritmada eritildi. Unga metall nitrat tuzining 0,004 molyar eritmasi qo'shildi. Olingan shaffof eritma 0,008 mol nikotinamidning 50 ml etanol

eritmasiga aralashtirish bilan qo'shildi. Aralashtirish magnit aralashtirgichda 2 kun davomida aralashtiriladi. Cho‘kma ajratilib, efir bilan yuvildi.

Xulosa. VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ va Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H_2O tarkibli yangi aralash ligandli koordinatsion birikmalar sintez qilindi. Aniqlanishicha, komplekslarda deprotonlangan glutar kislotasi metallga tetradentate ko`rinishda karboksil guruhining kislorod atomlari orqali, nikotinamid esa karbonil guruhining kislorod atomi ishtirokida monodentat tarzda koordinatsiyalanadi. Olingan kompleks birikmalarning polimer tuzilishi taxmin qilindi.

Adabiyotlar

1. Aureliano M. et al. Biological Consequences of Vanadium Effects on Formation of Reactive Oxygen Species and Lipid Peroxidation // Int. J. Mol. Sci. – 2023. – Vol. 24. №6. – P. 5382. https://doi.org/10.3390/ijms24065382.

2. Berger M.M., Amrein K., Barazzoni R. et al. The science of micronutrients in clinical practice e Report on the ESPEN symposium // Clin. Nutr. 43. – 2024. – P. 268-283. https://doi.org/10.1016/j.clnu.2023.12.006.

3. Molnár J., Pal M. Macroelements and Microelements: The role of minerals in Human Nutrition // Ingredients & Addit. – 2024. - Vol. 10. №11. - P. 46-47. https://doi.org/10.1016/J.JTEMIN.2023.100076.

4. Ścibior A. et al. CNS-Related Effects Caused by Vanadium at Realistic Exposure Levels in Humans: A Comprehensive Overview Supplemented with Selected Animal Studies // Int. J. Mol. Sci. – 2023. – Vol. 24. №10. - P. 9004. https://doi.org/10.3390/ijms24109004.

5. Sidorova K. et al. Ecological and physiological feature of some microelements and their concentration in vegetable products // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering.-2020.-P. 941. https://doi.org/10.1088/1757-899X/941/1/012013

6. Драго Р.Д. Физические методы в неорганической химии.- М.: Мир, 1981.-Т.2.-456 с.

7. Шабилалов А.А., Фатхуллаева М., Пулатова Г.У., Чиннибекова Н.К. Координационные соединения Zn (II), Ni (II) и Cu (II) с глутаровой и 3-пиридинмонокарбоновыми кислотами // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн.- 2021. Т. 12, - №90. - С. 5-14.

КООРДИНАЦИОННЫЕ СОЕДИНЕНИЯ VO (II) И NI (II) ГЛУТАРОВОЙ КИСЛОТОЙ И НИКОТИНАМИДОМ

Гулноза Убайдуллаевна Пулатова
Ташкентский фармацевтический институт, Старший преподаватель кафедры аналитической химии
https://orcid.org/0009-0008-2185-7173

Муяссар Фатхуллаева
Ташкентский фармацевтический институт, Заведующий кафедрой аналитической химии, кандидат химических наук, профессор
https://orcid.org/0000-0002-7138-0501
E-mail: fatxullayeva0108@gmail.com

Азиза Суннатовна Газиева
Ташкентский фармацевтический институт, Доцент кафедры аналитической химии, PhD
https://orcid.org/0009-0007-9811-0935

Элёр Бахтиер угли Абдуллаев
Ташкентский фармацевтический институт, Студент 5 курса факультета клинической фармации
https://orcid.org/0009-0005-4221-6197

Бобур Икром угли Сафокулов
Ташкентский фармацевтический институт, Студент 4 курса факультета клинической фармации
https://orcid.org/0009-0007-4726-6147

Мадина Ринатовна Шамсутдинова
Ташкентский фармацевтический институт, Студентка 3 курса факультета клинической фармации
https://orcid.org/0009-0006-9193-7510

DOI: https://doi.org/10.55475/jcgtm/vol4.iss4.2025.522

Ключевые слова:
Глутаровая кислота, никотинамид, ИК-спектроскопия, дериватография

Аннотация

Синтезированы смешаннолигандные координационные соединения VO (II) и Ni (II) с глутаровой кислотой и никотинамидом. Изучены элементный состав и некоторые физико-химические свойства полученных комплексов. Для установления чистоты и индивидуальности соединений получены рентгенограммы исходных веществ и их комплексов. Резкое различие рентгенограмм комплексов и лигандов указывает на их индивидуальности и чистоту. Методами ИК-спектроскопии и термического анализа установлено, что глутаровая кислота координируется к металлу депротонированной форме тетрадентатно через атомы кислорода карбоксильной группы, а никотинамид с участием карбонильного атома кислорода. Предположено полимерное строение комплексов.

Как цитировать

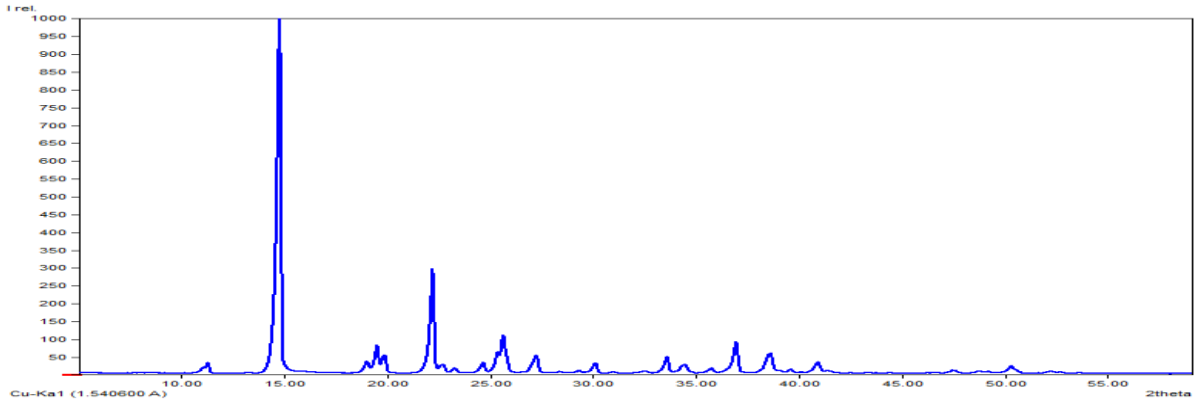
Пулатова, Г. У., Фатхуллаева, М., Газиева, А. С., Абдуллаев, Э. Б. у., Сафокулов, Б. И. у., & Шамсутдинова, М. Р. КООРДИНАЦИОННЫЕ СОЕДИНЕНИЯ VO (II) И Ni (II) ГЛУТАРОВОЙ КИСЛОТОЙ И НИКОТИНАМИДОМ. Журнал химии товаров и народной медицины, 4(4), 14-37. (2025). https://doi.org/10.55475/jcgtm/vol4.iss4.2025.522

Введение. Поддержание содержания микроэлементов в тканях на физиологическом уровне необходимо для внутренней среды организма. Это обусловлено тем, что в организме микроэлементы находятся преимущественно в виде координационных соединений, которые, как правило, обладают большой биологической усвояемостью, терапевтической эффективностью и безопасностью [2,3,5]. В организме человека ванадий участвует в регуляции обмена глюкозы, в регуляции обмена холестерина, ингибитор и, возможно, регулятор Na^+-K^+-АТФ-азы, рибонуклеазы и других ферментов, участвует в регуляции сердечно-сосудистой деятельности, в метаболизме тканей костей и зубов, усиливает связывание гемоглобина с кислородом, катализирует окисление фосфолипидов изолированными ферментами печени, оказывает действие на некоторые функции глаз, печени, почек, миокарда, нервной системы. Однако, неорганические соли металлов токсичны, поэтому большое внимание уделяется координационным соединениям металлов с биолигандами, так как связанный металл обладает меньшей токсичностью и большей биологической активностью [1,4].

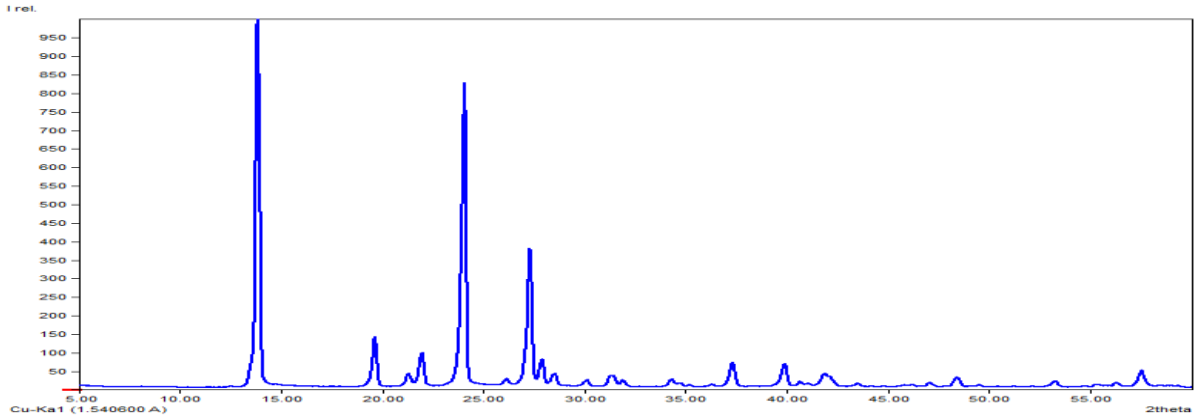
На основании вышеизложенного нами был осуществлен целенаправленный синтез смешаннолигандных координационных соединений VO (II) и Ni (II), обладающих малой токсичностью и высокой биологической активностью с глутаровой кислотой и никотинамидом.

Результаты исследования. С целью установления чистоты и индивидуальности синтезированных комплексов были получены рентгенограммы. Рентгенограммы лигандов и синтезированных комплексов резко отличимы, что свидетельствует об их индивидуальности и чистоте (рис.1).

Методом элементного анализа установлен состав синтезированных соединений. Далее было изучено их физико-химические свойства. (таб. 1,2) Также изучена микроструктура комплексов и элементный состав соответствует с атомно-адсорбционном методом (рис. 2).



а



б

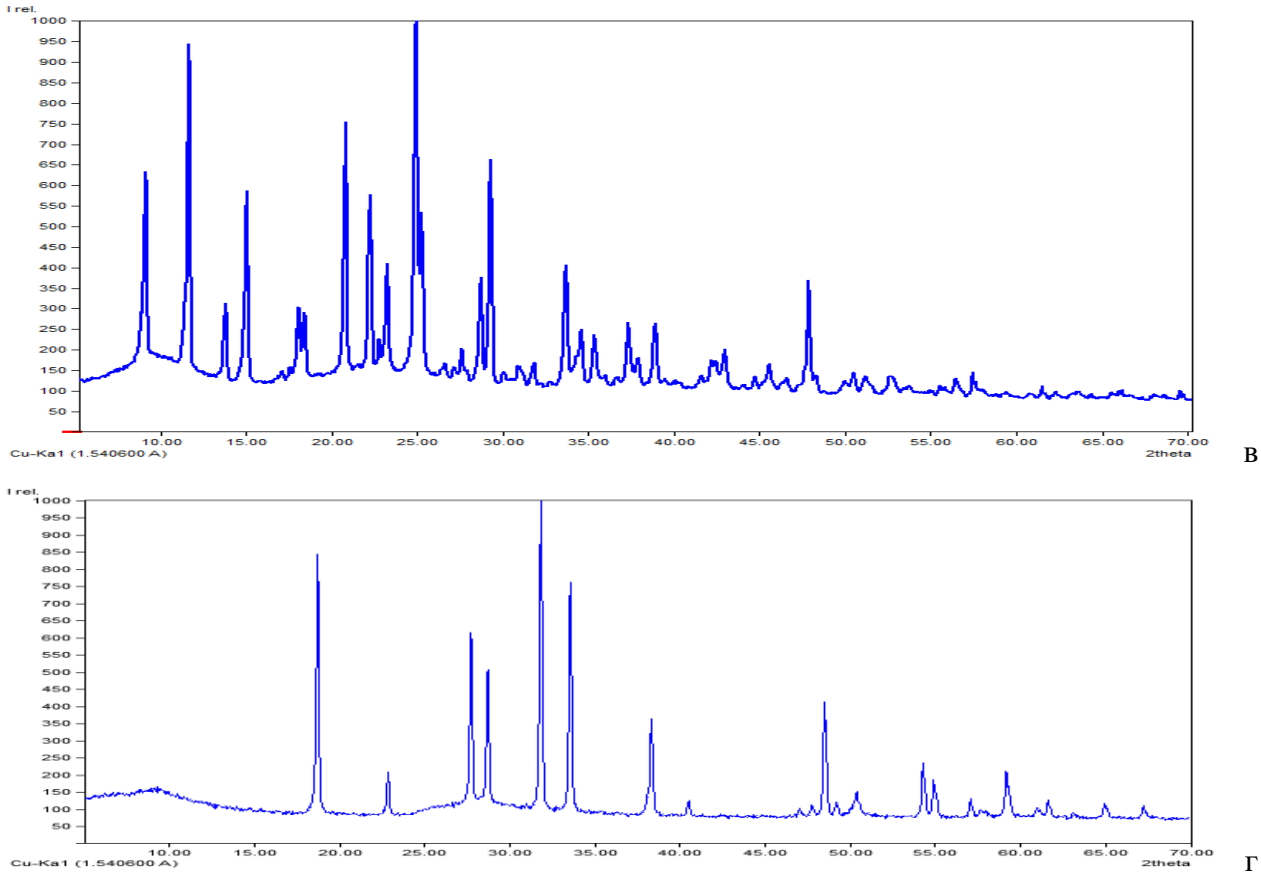


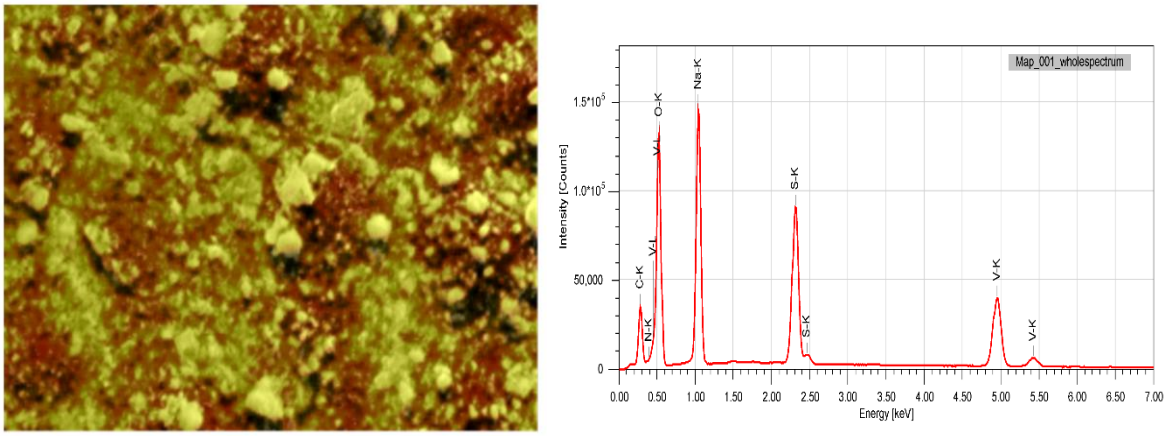
Рис. 1. Рентгенограммы никотинамида (а), глутаровой кислоты (б), комплексных соединений Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O (в) и VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ (г)

Таблица 1. Результаты элементного анализа комплексных соединений

Соединение	Найдено, %			Вычислено, %		
	M	N	H_2O	M	N	H_2O
Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O	13,18	12,57	4,04	13,10	12,49	4,02
VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$	11,62	6,39	-	11,56	6,36	-

Таблица 2. Физико-химические свойства комплексных соединений

Соединение	Тпл. ^{0}C	Цвет	Выход %	Растворимость, г/100г воды
Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O	238	голубой	71	Не растворяется
VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$	229	болотный	82	Не растворяется



а **б**

Рис. 2. Микроструктура (а) и энерго-дисперсионный спектр (б) комплексного соединения VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$

Для изучения способа координации глутаровой кислоты и никотинамида, а также строения синтезированных комплексных соединений применены методы ИК-спектроскопии и дериватографического исследования.

В ИК спектре глутаровой кислоты наблюдается группа полос, наиболее высокочастотную из них при 3047 см$^{-1}$ можно отнести к υ(OH), а остальные полосы при 2955, 2706 и 2600 см$^{-1}$ к асимметричным и симметричным υ(CH_2). Интенсивную полосу при 1696 см$^{-1}$ следует отнести к υ(C=O), полосу при 1410 см$^{-1}$ – преимущественно к δ(OH), полосу при 1206 см$^{-1}$ – к υ(C-O). Полосы при 1434, 1349, 1305, 1264, 1235 и 1162 см$^{-1}$ отнесены, соответственно, к ножничным и веерным колебаниям CH_2.

В ИК спектре поглашения никотинамида наблюдаются широкие полосы с максимумами при 3350 и 3145 см$^{-1}$ и плечо при 3075 см$^{-1}$, которое можно отнести к $υ_{as}(NH_2)$, $υ_s$ (NH_2) и υ(CH), соответственно. Интенсивную полосу при 1678 см$^{-1}$ следует отнести к преимущественно υ(CO), а поглощение при 1618 см$^{-1}$ вызвано δ (NH_2). В спектре разбавленного раствора никотинамида в бензоле полосы $υ_{as}(NH_2)$ и υ (CO) найдены при 3510 и 1710 см$^{-1}$, соответственно [6]. Это подтверждает участие амино и карбонильной групп в образовании сильных водородных связей. Полосы при 1596, 1577 и 1488 см$^{-1}$ вызваны валентными колебаниями гетероциклического кольца, а полоса при 1343 см$^{-1}$ ответственные к υ (CN). Последующие полосы спектра лиганда при 1424, 1395, 1257, 1156 и 1127 см$^{-1}$ можно отнести к δ (CCH). Полоса δ (NH_2) проявляется при 1093 см$^{-1}$, а полосы деформационных колебаний пиридинового кольца – при 1030 и 974 см$^{-1}$.

В спектре смешаннолигандных комплексов Ni(II) и VO(II) с глутаровой кислотой и никотинамидом полосы характерные для ассоцированных кислот исчезают и появляется интенсивные полосы при 1581, 1562 и 1331, 1320 см$^{-1}$ отнесенные к υas(COO) и υs(COO), соответственно. Это подтверждает замещение водорода карбоксильных групп лиганда в комплексах на металл (табл. 3).

В комплексах карбоксилат группа выполняет две функции: монодентатная и бидентантная [7]. Значение Δυ(COO)= $υ_{as}$(COO) - υs(COO) в комплексах находятся в интервале 250-242 см$^{-1}$. Они практически равны к значению Δυ(COO) таковых спектров смешаннолигандных комплексов 3d-металлов с глутаровой и 3-пиридинмонокарбоновыми кислотами. Учитывая то, что в этих соединениях глутаровая кислота проявляет тетрадентатность, можно допустить подобную координацию лиганда и в изучаемых соединениях.

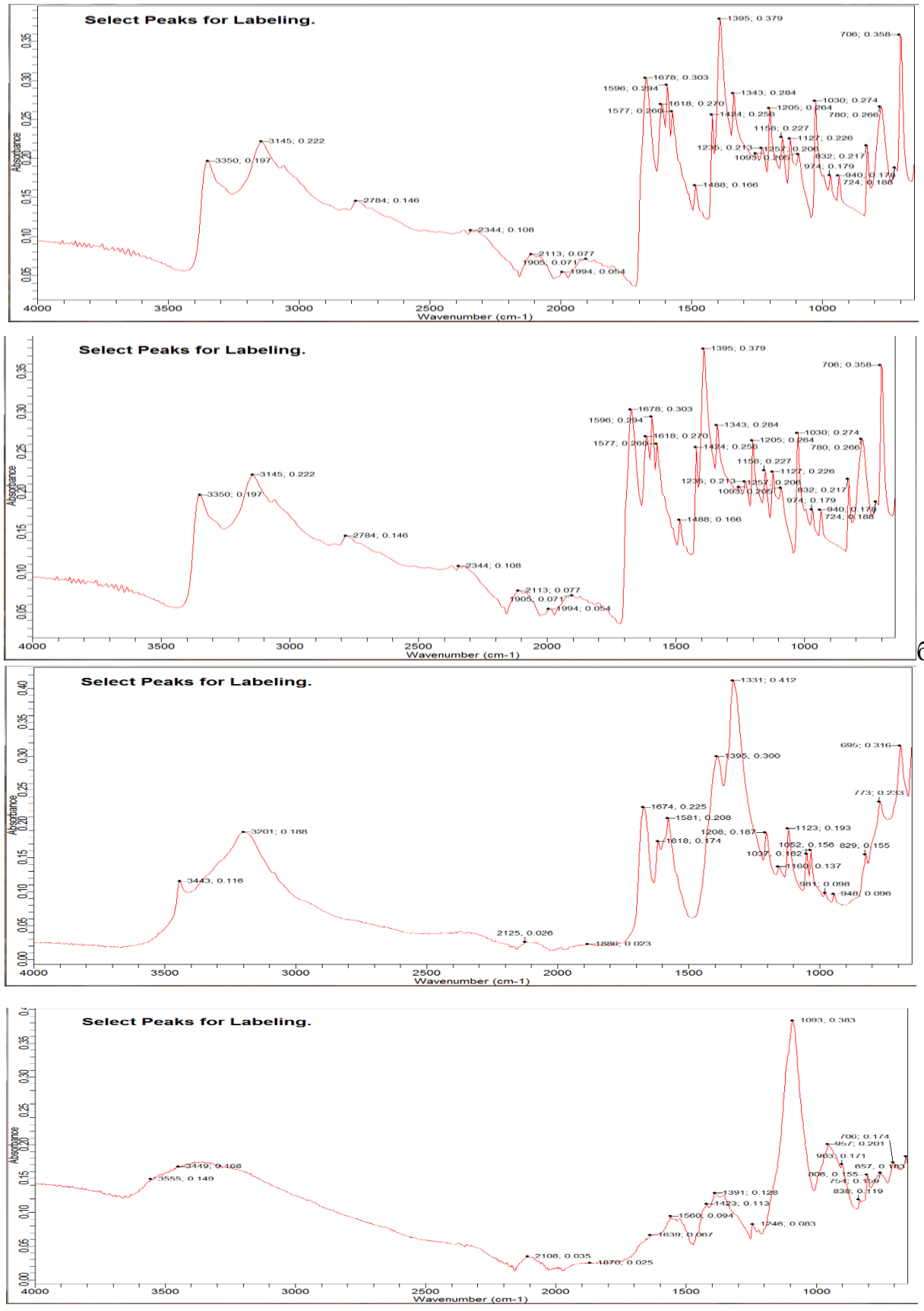


Рис. 3. ИК спектры глутаровой кислоты (а), никотинамида (б), комплексных соединений $Ni(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2 \cdot H_2O$ (в) и $VO(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2$ (г)

Таблица 3. Частоты $см^{-1}$ некоторых полос поглащения ИК спектров глутаровой кислоты, амида никотиновой кислоты и их смещаннолигандных комплексов с VO(II) и Ni(II).

Соединение	$\upsilon_{as}(NH_2)$ $\upsilon_s(NH_2)$	$\upsilon(C{=}O)$ $\upsilon_{as}(COO)$ υ_s (COO)	$\delta(NH_2)$	$\upsilon_{кольцо}$	$\delta_{кольцо}$	$\Delta\delta_{кольцо}$
ГЛК	-	1696	-	-	-	-
АНК	3350 3145	1678	1618	1596 1577	1030 974	-
$VO(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2$	3449	1639 1560,1391	1629	1560	1097 957	+67 -17
$Ni(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2\cdot H_2O$	3443 3201	1674 1581,1331	1618	1581 1560	1037 948	+7 -29

Никотинамид, в принципе, может координироваться к металлу посредствам пиридинового атома азота, а также с участием атома азота и кислорода амидной группы. Однако, как правило, наблюдается монодентатная координация амидной группы не через атом азота, а через атом кислорода. Такая особенность амидов объясняется тем, что состояние электронных облаков связей, образуемых атомами азота в этой группе, близко к sp^2 – гибридизации, поэтому не поделенная пара электронов атома азота имеет в основном p-характер и может вступать в квазисопряжение с π-электронным облаком двойной связи C=O. Таким образом, не поделенная пара электронов атома азота становится более «инертной». В результате донорная способность атома азота амидов понижается и координационная связь образуется за счет не поделенных «вакантных» электронных пар атома кислорода амида.

При переходе от спектра лиганда к спектру соединения Ni(II) полоса $\upsilon_{as}(NH_2)$ в области 3443 $см^{-1}$ притерпевает высокочастотное смещение на 93 $см^{-1}$, а в случае соединения Co(II) частота данной полосы остается без изменения. Полоса $\delta(NH_2)$ проявляется в области 1629, 1618 $см^{-1}$. Эти изменения свидетельствуют об отсутствии участия NH_2 группы амида в координации лиганда к металлу.

В спектре разбавленного раствора никотинамида в бензоле полоса валентных колебаний C=O проявляются при 1710 $см^{-1}$, а таковые в спектрах комплексов при 1689 и 1674 $см^{-1}$. Низкочастотное смещение полосы $\upsilon(C{=}O)$ на 21-36 $см^{-1}$, с большой вероятностью свидетельствует об участии амидной группы в координации лиганда через карбонильный атом кислорода.

Полосы валентных колебаний кольцо, зачастую, перекрываются полосами деформационных колебаний NH_2 группы и по ним судит об участии в координации гетероатома азота кольцо не всегда удается. Полосы плоских деформационных колебаний пиридинового кольца при координации смещаются на высокочастотную область. Однако, изменения данных частот в спектрах комплексов не характерно для участия пиридинового атома азота в координации (табл.3).

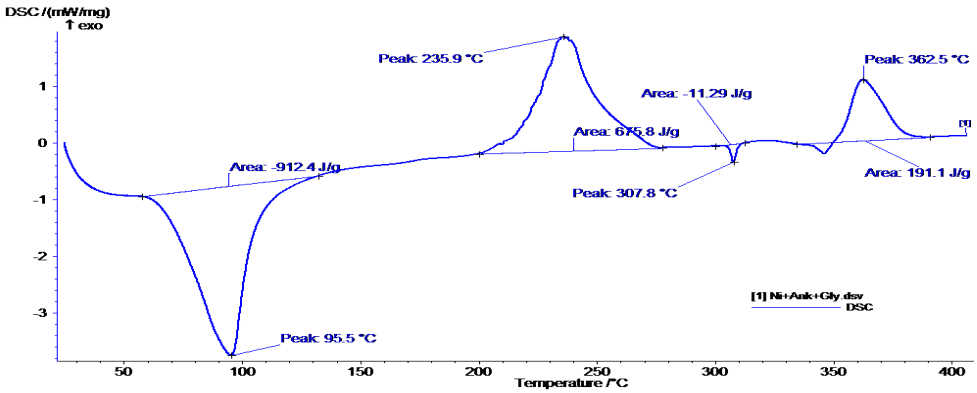


Рис. 4. Дериватограмма комплексного соединения $Ni(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2 \cdot H_2O$

На кривой отраженный в графике ДТА комплекса $Ni(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2 \cdot H_2O$ (рис.4) присутствуют эндотермические эффекты при 95,5, 307,8°С. При начальном эндоэффекте потеря массы достигает ~10% , что подтверждает удаление некоординированной молекулы воды. Лиганд разлагается при эндоэффекте 307,8°С . По завершению термолиза общее уменьшение массы в комплексе достигает 86%, что указывает образованию оксидов металла. По результатам дериватографического анализа комплекса, молекула воды теряется при одном эндоэффекте, что утверждает её внешносферность. На основании вышеизложенного можно заключить, что в синтезированных смешаннолигандных комплексных соединениях состава $VO(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2$ и $Ni(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2 \cdot H_2O$ депротонированная глутаровая кислота проявляет тетрадентатность и координируется к металлу через атомы кислорода карбоксильной группы, а никотинамид – монодентатно с участием карбонильного атома кислорода. Молекула воды в комплексе $Ni(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2 \cdot H_2O$ внешнесферный. Подобная координация лигандов, вероятно, осуществляется при полимерном строении комплексов. Возможность такого строения комплексов подтверждается и ранее установленным нами полимерным строением родственных смещаннолигандных комплексов 3d-металлов с глутаровой и пиридинмонокарбоновыми кислотами.

Экспериментальная часть. Для синтеза комплексных соединений были использованы азотнокислые соли металлов, гидроксид натрия, глутаровая кислота (ГЛК) и никотинамид (АНК) марки «ч».

Индивидуальность выделенных комплексов изучено сравнением рентгенограммы исходного вещества и комплексного соединения, которые получали на порошковой дифрактометре XRD-6100. Термический анализ комплексов проводили на термоанализаторе NETZSCH STA-409 PG в диапазоне температур – 400ºС.

Количественное определение металла проводили в атомно-адсорбционном спектрофотометре АА-7000 (Shimadzu, Япония). Азот определяли микрометодом Дюма.

Анализ микроструктуры проведен на электронном микроскопе JSM-IT200 (JEOL, Япония) с приставкой для энергодисперсионного анализа (SEM-EDX)

ИК-спектры снимали на ИК-Фурье-спектрофотометре «Cary 630» в диапазоне 400-4000см$^{-1}$ (Ftir Agilent Technologies, USA) в комплекте с приставкой нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) MIRacle-10 с призмой diamond/ZnSe (спектральный диапазон по шкале волновых чисел - 4000÷400 см$^{-1}$; разрешение - 4 см$^{-1}$, чувствительность соотношение сигнал/шум - 60,000:1; скорость сканирования - 20 спектров в секунду).

Синтез комплексных соединений $Ni(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2 \cdot H_2O$ и $VO(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2$ (где знаком «-Н» обозначен депротонированный лиганд) проводили следующим образом: 0,004 моля глутаровой кислоты

растворили в 5 мл водного раствора содержащего 0,008 моля едкого натра. К нему прилили 0,004 молярного раствора азотнокислой соли металлов. Образовавшийся прозрачный раствор при перемешивании добавляли к 50 мл этанолного раствора 0,008 моля никотинамида. Смесь перемешивали на магнитной мешалке в течение 2 суток. Выпавший осадок отделяли, промывали эфиром.

Вывод. Синтезированы новые смешаннолигандные координационные соединения состава $VO(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2$ и $Ni(ГЛК\text{-}2H)(АНК)_2 \cdot H_2O$. Установлено, что в комплексах депротонированная глутаровая кислота проявляет тетрадентатность и координируется к металлу через атомы кислорода карбоксильной группы, а никотинамид – монодентатно с участием карбонильного атома кислорода. Предположено полимерное строение выделенных комплексных соединений.

Литературы

1. Aureliano M. et al. Biological Consequences of Vanadium Effects on Formation of Reactive Oxygen Species and Lipid Peroxidation // Int. J. Mol. Sci. – 2023. – Vol. 24. №6. – P. 5382. https://doi.org/10.3390/ijms24065382.
2. Berger M.M., Amrein K., Barazzoni R. et al. The science of micronutrients in clinical practice e Report on the ESPEN symposium // Clin. Nutr. 43. – 2024. – P. 268-283. https://doi.org/10.1016/j.clnu.2023.12.006.
3. Molnár J., Pal M. Macroelements and Microelements: The role of minerals in Human Nutrition // Ingredients & Addit. – 2024. - Vol. 10. №11. - P. 46-47. https://doi.org/10.1016/J.JTEMIN.2023.100076.
4. Ścibior A. et al. CNS-Related Effects Caused by Vanadium at Realistic Exposure Levels in Humans: A Comprehensive Overview Supplemented with Selected Animal Studies // Int. J. Mol. Sci. – 2023. – Vol. 24. №10. - P. 9004. https://doi.org/10.3390/ijms24109004.
5. Sidorova K. et al. Ecological and physiological feature of some microelements and their concentration in vegetable products // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering.-2020.-P. 941. https://doi.org/10.1088/1757-899X/941/1/012013
6. Драго Р.Д. Физические методы в неорганической химии.- М.: Мир, 1981.-Т.2.-456 с.
7. Шабилалов А.А., Фатхуллаева М., Пулатова Г.У., Чиннибекова Н.К. Координационные соединения Zn (II), Ni (II) и Cu (II) с глутаровой и 3-пиридинмонокарбоновыми кислотами // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн.- 2021. Т. 12, - №90. - С. 5-14.

Journal of Chemistry of Goods and Traditional Medicine

J Chem Good Trad Med, Volume 4, Issue 4, 2025 Chemistry of Goods

COORDINATION COMPOUNDS OF VO (II) AND NI (II) WITH GLUTARIC ACID AND NICOTINAMIDE

Gulnoza U. Pulatova
Tashkent Pharmaceutical Institute, Senior Lecturer, Department of Analytical Chemistry
https://orcid.org/0009-0008-2185-7173

Muyassar Fatkhullaeva
Tashkent Pharmaceutical Institute, Head of the Department of Analytical Chemistry, Candidate of Chemical Sciences, Professor
https://orcid.org/0000-0002-7138-0501
E-mail: fatxullayeva0108@gmail.com

Aziza S. Gazieva
Tashkent Pharmaceutical Institute, Associate Professor of the Department of Analytical Chemistry, PhD
https://orcid.org/0009-0007-9811-0935

Elyor B. Abdullaev
Tashkent Pharmaceutical Institute, 5th year student of the Faculty of Clinical Pharmacy
https://orcid.org/0009-0005-4221-6197

Bobur I. Safokulov
Tashkent Pharmaceutical Institute, 4th year student of the Faculty of Clinical Pharmacy
https://orcid.org/0009-0007-4726-6147

Madina R. Shamsutdinova
Tashkent Pharmaceutical Institute, 3rd year student of the Faculty of Clinical Pharmacy
https://orcid.org/0009-0006-9193-7510

DOI: https://doi.org/10.55475/jcgtm/vol4.iss4.2025.522

Keywords:
Glutaric acid, nicotinamide, IR spectroscopy, derivatography

Abstract

Mixed-ligand coordination compounds of VO (II) and Ni (II) with glutaric acid and nicotinamide have been synthesized. The elemental composition and some physicochemical properties of the obtained complexes have been studied. X-ray diffraction patterns of the starting materials and their complexes have been obtained to establish the purity and individuality of the compounds. A sharp difference in the X-ray diffraction patterns of the complexes and ligands indicates their individuality and purity. It has been established by IR spectroscopy and thermal analysis that glutaric acid is coordinated to the metal in the deprotonated form tetradentately through the oxygen atoms of the carboxyl group, and nicotinamide with the participation of the carbonyl oxygen atom. A polymeric structure of the complexes has been suggested.

How to Cite

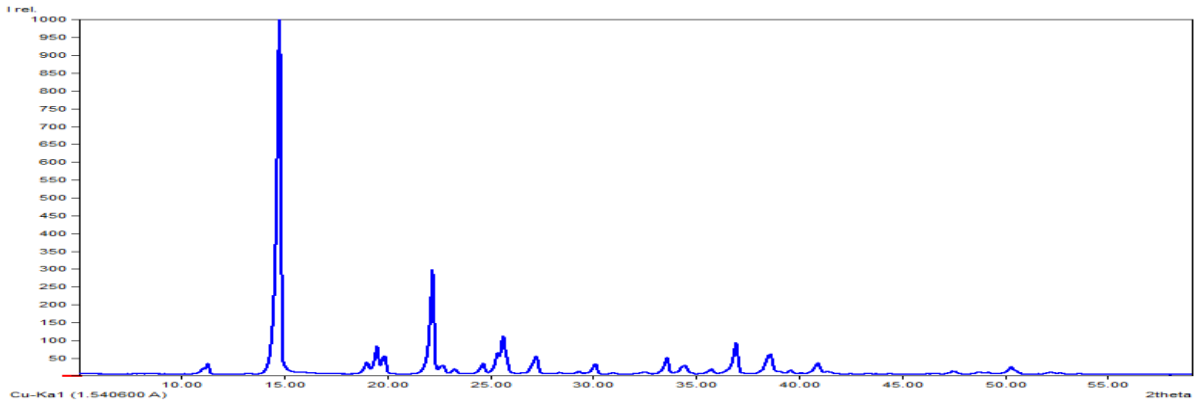
Pulatova, G. U., Fatkhullaeva, M., Gazieva, A. S., Abdullaev, E. B., Safokulov, B. I., & Shamsutdinova, M. R. (2025). COORDINATION COMPOUNDS OF VO (II) AND Ni (II) WITH GLUTARIC ACID AND NICOTINAMIDE. Journal of Chemistry of Goods and Traditional Medicine, 4(4), 14-37. https://doi.org/10.55475/jcgtm/vol4.iss4.2025.522

Introduction. Maintaining the content of microelements in tissues at the physiological level is necessary for the internal environment of the body. This is due to the fact that in the body microelements are mainly in the form of coordination compounds, which, as a rule, have high

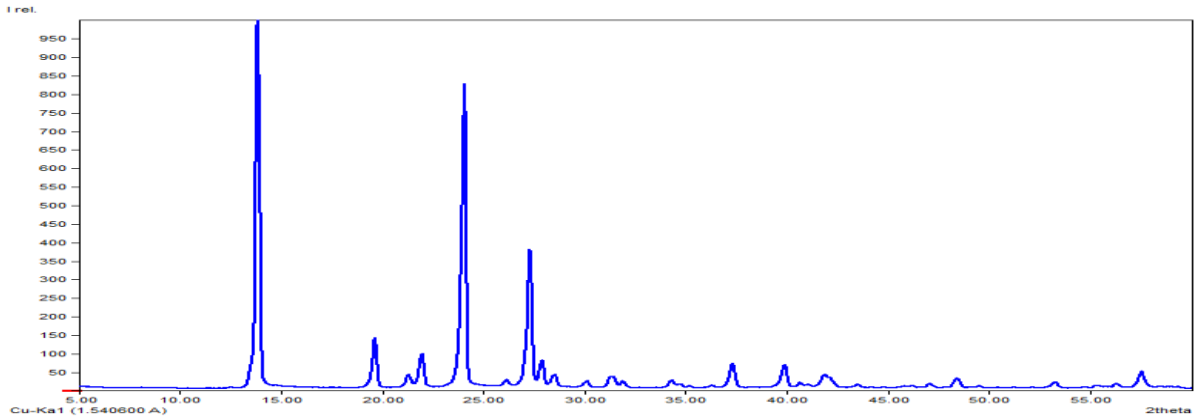
bioavailability, therapeutic efficacy and safety [2,3,5]. In the human body, vanadium is involved in the regulation of glucose metabolism, in the regulation of cholesterol metabolism, an inhibitor and, possibly, a regulator of Na^+-K^+-ATPase, ribonuclease and other enzymes, is involved in the regulation of cardiovascular activity, in the metabolism of bone and dental tissues, enhances the binding of hemoglobin to oxygen, catalyzes the oxidation of phospholipids by isolated liver high bioavailability enzymes, has an effect on some functions of the eyes, liver, kidneys, myocardium, nervous system. However, inorganic metal salts are toxic, so much attention is paid to coordination compounds of metals with bioligands, since the bound metal has lower toxicity and higher biological activity [1,4].

Based on the above, we carried out a targeted synthesis of mixed-ligand coordination compounds of VO (II) and Ni (II), which have low toxicity and high biological activity with glutaric acid and nicotinamide.

Research results. X-ray diffraction patterns were obtained in order to establish the purity and individuality of the synthesized complexes. The X-ray patterns of the ligands and synthesized complexes are sharply distinguishable, which indicates their individuality and purity (Fig. 1). The composition of the synthesized compounds was determined by the elemental analysis method. Then their physicochemical properties were studied. (Tables 1,2) The microstructure of the complexes was also studied and the elemental composition corresponds to the atomic adsorption method (Fig. 2).



a



b

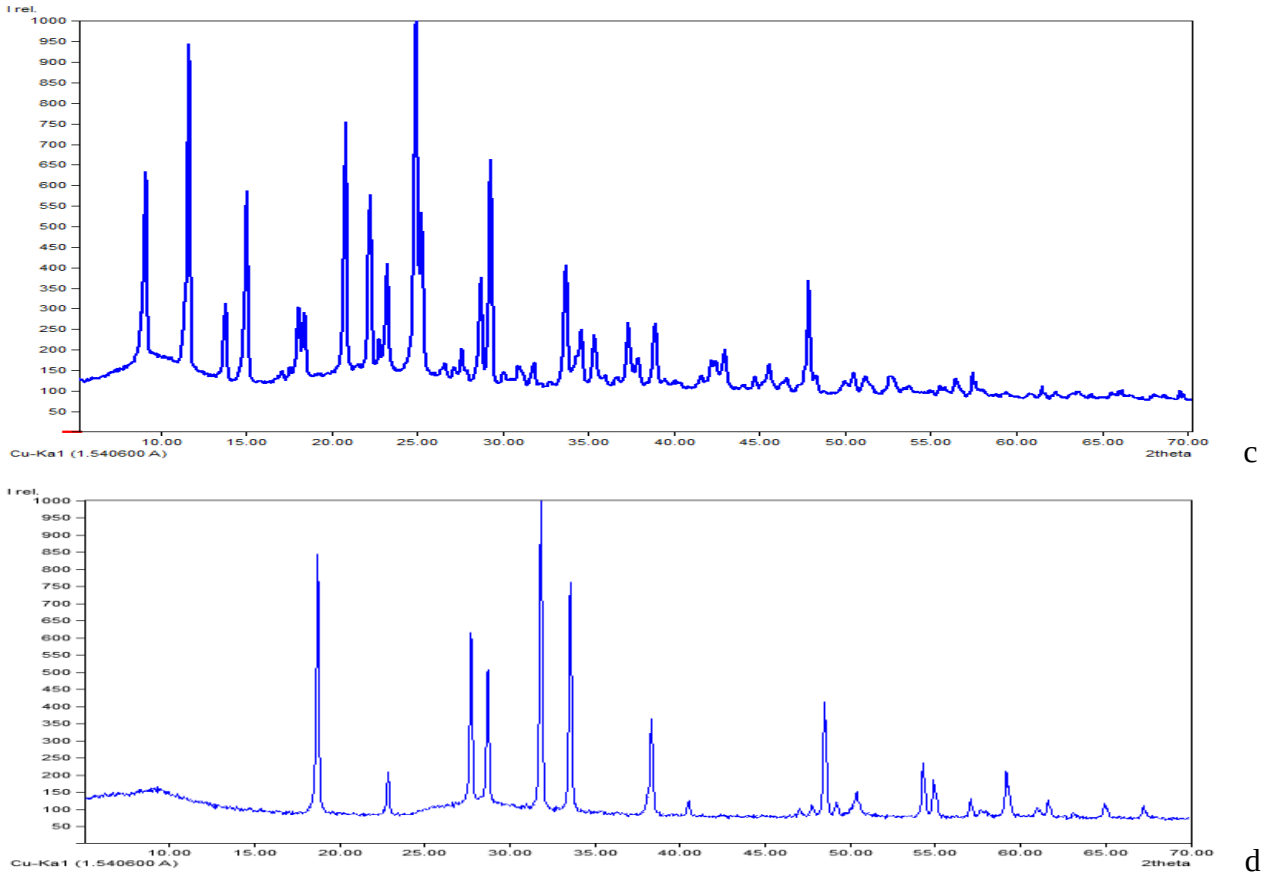


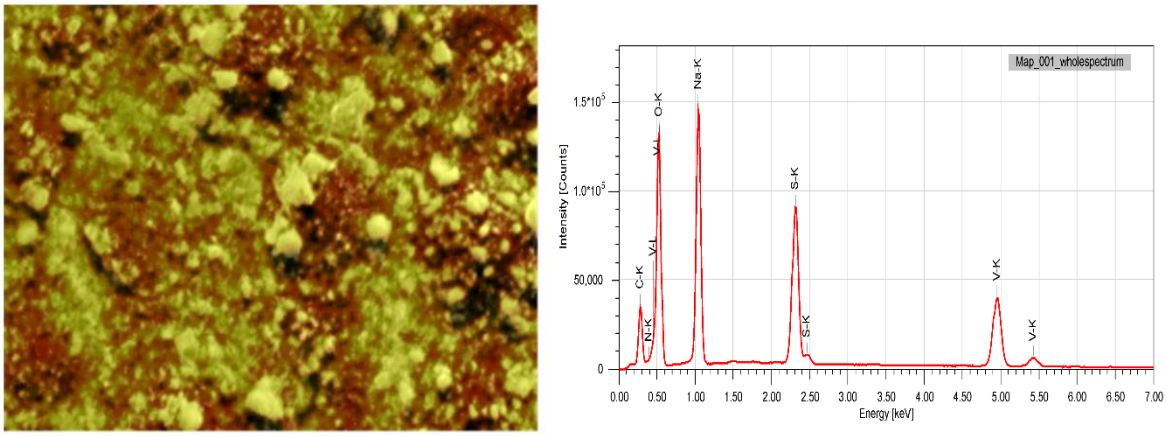
Fig. 1. X-ray diffraction patterns of nicotinamide (a), glutaric acid (b), complex compounds Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O (c) and VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ (d)

Table 1. Results of elemental analysis of complex compounds

Compound	Found, %			Calculated, %		
	M	N	H_2O	M	N	H_2O
Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O	13,18	12,57	4,04	13,10	12,49	4,02
VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$	11,62	6,39	-	11,56	6,36	-

Table 2. Physicochemical properties of complex compounds

Compound	Tmelt. ^{0}C	Color	Yield, %	Solubility, g/100g in water
Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O	238	blue	71	insoluble
VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$	229	swamp green	82	insoluble



a **b**

Fig. 2. Microstructure (a) and energy-dispersive spectrum (b) of the complex compound VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$

To study the coordination mode of glutaric acid and nicotinamide, as well as the structure of the synthesized complex compounds, IR spectroscopy and derivatographic studies were used.

A group of bands is observed in the IR spectrum of glutaric acid, the highest-frequency of which at 3047 sm^{-1} can be attributed to υ(OH), and the remaining bands at 2955, 2706 and 2600 sm^{-1} to asymmetric and symmetric υ(CH_2). The intense band at 1696 sm^{-1} should be attributed to υ(C=O), the band at 1410 sm^{-1} - mainly to δ(OH), the band at 1206 sm^{-1} - to υ(C-O). The bands at 1434, 1349, 1305, 1264, 1235 and 1162 sm^{-1} are assigned to the scissor and fan vibrations of CH_2, respectively. The IR absorption spectrum of nicotinamide shows broad bands with maxima at 3350 and 3145 sm^{-1} and a shoulder at 3075 sm^{-1}, which can be attributed to υas(NH_2), υs (NH_2) and υ(CH), respectively. The intense band at 1678 sm^{-1} should be attributed mainly to υ (CO), and the absorption at 1618 sm^{-1} is caused by δ (NH_2). In the spectrum of a dilute solution of nicotinamide in benzene, the bands of υ as(NH_2) and υ (CO) were found at 3510 and 1710 sm^{-1}, respectively [6]. This confirms the participation of amino and carbonyl groups in the formation of strong hydrogen bonds. The bands at 1596, 1577 and 1488 sm^{-1} are due to the stretching vibrations of the heterocyclic ring, and the band at 1343 sm^{-1} is responsible for υ (CN). The subsequent bands of the ligand spectrum at 1424, 1395, 1257, 1156 and 1127 sm^{-1} can be attributed to δ (CCH). The δ (NH_2) band appears at 1093 sm^{-1}, and the bands of deformation vibrations of the pyridine ring are at 1030 and 974 sm^{-1}. In the spectrum of mixed-ligand complexes of Ni(II) and VO(II) with glutaric acid and nicotinamide, the bands characteristic of associated acids disappear and intense bands appear at 1581, 1562 and 1331, 1320 sm^{-1} attributed to $υ_{as}$(COO) and $υ_s$(COO), respectively. This confirms the substitution of hydrogen of the carboxyl groups of the ligand in the complexes by the metal (Table 3). In the complexes, the carboxylate group performs two functions: monodentate and bidentate [7]. The value of Δυ(COO)= $υ_{as}$(COO) - $υ_s$(COO) in the complexes is in the range of 250-242 sm^{-1}. They are practically equal to the value of Δυ(COO) of such spectra of mixed-ligand complexes of 3d-metals with glutaric and 3-pyridine monocarboxylic acids. Considering that in these compounds glutaric acid exhibits tetradentate, it is possible to assume similar coordination of the ligand in the studied compounds.

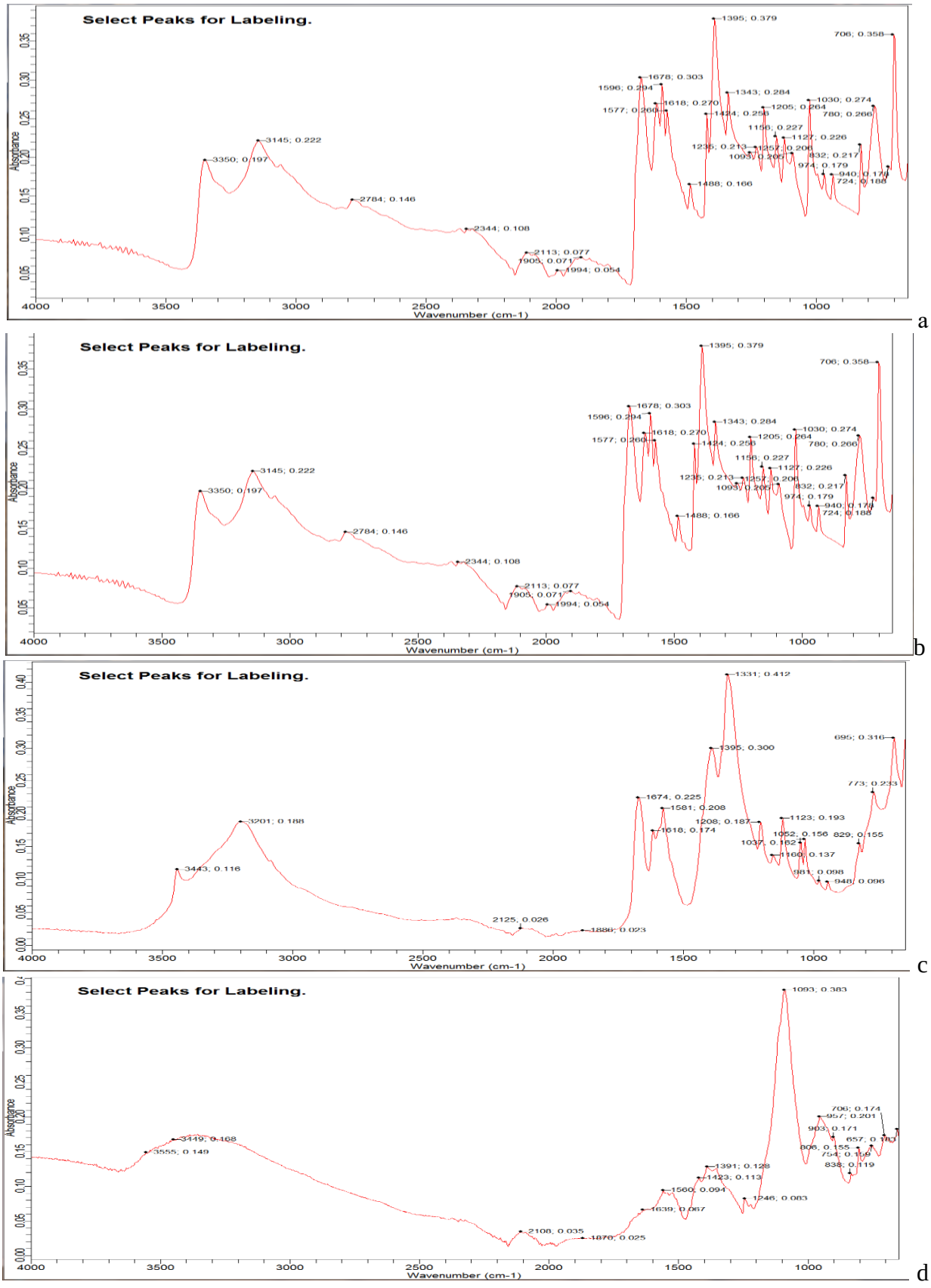


Fig. 3. IR spectra of glutaric acid (a), nicotinamide (b), complex compounds Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O (c) and VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ (d)

Table 3. Frequencies sm^{-1} of some absorption bands of IR spectra of glutaric acid, nicotinic acid amide and their displaced-ligand complexes with VO(II) and Ni(II).

Compound	$\upsilon_{as}(NH_2)$ $\upsilon_s(NH_2)$	$\upsilon(C{=}O)$ $\upsilon_{as}(COO)$ υ_s (COO)	$\delta(NH_2)$	υ_{ring}	Δ_{ring}	$\Delta\delta_{ring}$
ГЛК	-	1696	-	-	-	-
АНК	3350 3145	1678	1618	1596 1577	1030 974	-
VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$	3449	1639 1560,1391	1629	1560	1097 957	+67 -17
Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O	3443 3201	1674 1581,1331	1618	1581 1560	1037 948	+7 -29

Nicotinamide, in principle, can be coordinated to a metal via the pyridine nitrogen atom, as well as with the participation of the nitrogen atom and oxygen of the amide group. However, as a rule, monodentate coordination of the amide group is observed not through the nitrogen atom, but through the oxygen atom. This feature of amides is explained by the fact that the state of the electron clouds of the bonds formed by the nitrogen atoms in this group is close to sp^2 - hybridization, therefore the unshared pair of electrons of the nitrogen atom has mainly a p-character and can enter into quasi-conjugation with the π-electron cloud of the double bond C=O. Thus, the unshared pair of electrons of the nitrogen atom becomes more "inert". As a result, the donor ability of the nitrogen atom of amides decreases and the coordination bond is formed due to the unshared "vacant" electron pairs of the oxygen atom of the amide. When moving from the spectrum of the ligand to the spectrum of the Ni(II) compound, the $\upsilon as(NH_2)$ band in the region of 3443 sm^{-1} undergoes a high-frequency shift by 93 sm^{-1} , and in the case of the Co(II) compound, the frequency of this band remains unchanged. The $\delta(NH_2)$ band appears in the region of 1629, 1618 sm^{-1}. These changes indicate the absence of participation of the NH_2 group of the amide in the coordination of the ligand to the metal.

In the spectrum of a dilute solution of nicotinamide in benzene, the band of valence vibrations of C=O appears at 1710 sm^{-1}, and those in the spectra of the complexes at 1689 and 1674 sm^{-1}. The low-frequency shift of the υ(C=O) band by 21-36 sm^{-1} most likely indicates sites in the coordination of the amide group of the ligand through the carbonyl oxygen atom. The bands of the ring stretching vibrations often overlap with the bands of the NH_2 group deformation vibrations and it is not always possible to judge the participation of the nitrogen ring heteroatom in the coordination by them. The bands of the planar deformation vibrations of the pyridine ring are shifted to the high-frequency region during coordination. However, changes in these frequencies in the spectra of the complexes are not characteristic of the participation of the pyridine nitrogen atom in the coordination (Table 3).

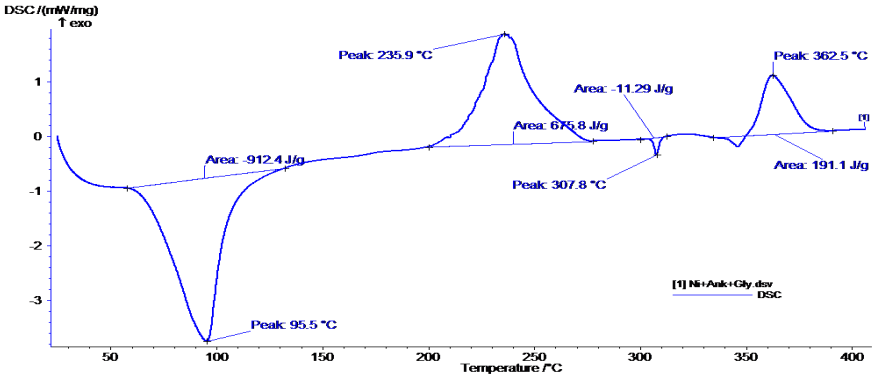


Fig. 4. Derivatogram of the complex compound Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O

On the curve reflected in the DTA graph of the Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O complex (Fig. 4) there are endothermic effects at 95,5, 307,8 °C. At the initial endo effect, the mass loss reaches about 10%, which confirms the removal of the uncoordinated water molecule. At the endo effect of 307,8 °C, the ligand decomposes. Upon completion of thermolysis, the total mass decrease in the complex reaches 86%, which indicates the formation of metal oxides. According to the results of the derivatographic analysis of the complex, the water molecule is lost at one endo effect, which confirms its outer-sphere nature. Based on the above, it can be concluded that in the synthesized mixed-ligand complex compounds of the composition VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ and Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O, deprotonated glutaric acid exhibits tetradentate and is coordinated to the metal through the oxygen atoms of the carboxyl group, and nicotinamide is monodentate with the participation of the carbonyl oxygen atom. The water molecule in the complex Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O is outer-sphere. Such coordination of ligands is probably realized with the polymeric structure of the complexes. The possibility of such a structure of the complexes is confirmed by the previously established polymeric structure of related mixed-ligand complexes of 3d metals with glutaric and pyridine monocarboxylic acids.

Experimental part. For the synthesis of complex compounds, metal nitrate salts, sodium hydroxide, glutaric acid (ГЛК) and nicotinamide (АНК) of the "pure" grade were used.

The individuality of the isolated complexes was studied by comparing the X-ray diffraction patterns of the original substance and the complex compound, which were obtained on an XRD-6100 powder diffractometer. Thermal analysis of the complexes was carried out on a NETZSCH STA-409 PG thermal analyzer in the temperature range of 400 ° C. Quantitative determination of metal was performed in an AA-7000 atomic absorption spectrophotometer (Shimadzu, Japan). Nitrogen was determined using the Dumas micromethod.

Microstructure analysis was performed on a JSM-IT200 electron microscope (JEOL, Japan) with an attachment for energy-dispersive analysis (SEM-EDX)

IR spectra were recorded on a Cary 630 IR Fourier spectrophotometer in the range of 400-4000 sm^{-1} (Ftir Agilent Technologies, USA) complete with an attenuated total internal reflection (ATR) attachment MIRacle-10 with a diamond/ZnSe prism (spectral range on the wavenumber scale - 4000÷400 cm^{-1}; resolution - 4 cm^{-1}, sensitivity signal/noise ratio – 60,000:1; scanning speed - 20 spectra per second).

Synthesis of complex compounds Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O and VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ (where the sign "-H" denotes the deprotonated ligand) was carried out as follows: 0,004 mole of glutaric acid was dissolved in 5 ml of an aqueous solution containing 0,008 mole of sodium hydroxide. 0,004 molar solution of metal nitrate salt was added to it. The resulting transparent solution was added with stirring to 50 ml of an ethanol solution of 0,008 mole of nicotinamide. The mixture was stirred on a magnetic stirrer for 2 days. The precipitate was separated and washed with ether.

Conclusion. New mixed-ligand coordination compounds of the composition VO(ГЛК-2H)(АНК)$_2$ and Ni(ГЛК-2H)(АНК)$_2$·H$_2$O have been synthesized. It has been established that in the complexes, deprotonated glutaric acid exhibits tetradentate and is coordinated to the metal through the oxygen atoms of the carboxyl group, and nicotinamide – monodentately with the participation of the carbonyl oxygen atom. A polymeric structure of the isolated complex compounds has been proposed.

References

1. Aureliano M. et al. Biological Consequences of Vanadium Effects on Formation of Reactive Oxygen Species and Lipid Peroxidation // Int. J. Mol. Sci. – 2023. – Vol. 24. №6. – P. 5382. https://doi.org/10.3390/ijms24065382.

2. Berger M.M., Amrein K., Barazzoni R. et al. The science of micronutrients in clinical practice e Report on the ESPEN symposium // Clin. Nutr. 43. – 2024. – P. 268-283. https://doi.org/10.1016/j.clnu.2023.12.006.

3. Molnár J., Pal M. Macroelements and Microelements: The role of minerals in Human Nutrition // Ingredients & Addit. – 2024. - Vol. 10. №11. - P. 46-47. https://doi.org/10.1016/J.JTEMIN.2023.100076.

4. Ścibior A. et al. CNS-Related Effects Caused by Vanadium at Realistic Exposure Levels in Humans: A Comprehensive Overview Supplemented with Selected Animal Studies // Int. J. Mol. Sci. – 2023. – Vol. 24. №10. - P. 9004. https://doi.org/10.3390/ijms24109004.

5. Sidorova K. et al. Ecological and physiological feature of some microelements and their concentration in vegetable products // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering.-2020.- P. 941. https://doi.org/10.1088/1757-899X/941/1/012013

6. Драго Р.Д. Физические методы в неорганической химии.- М.: Мир, 1981.-Т.2.-456 с.

7. Шабилалов А.А., Фатхуллаева М., Пулатова Г.У., Чиннибекова Н.К. Координационные соединения Zn (II), Ni (II) и Cu (II) с глутаровой и 3-пиридинмонокарбоновыми кислотами // Universum: химия и биология : электрон. научн. журн.- 2021. Т. 12, - №90. - С. 5-14.