



UDK: 547.297+547.572+547.577

Mansur OCHILOV,
Olmaliq davlat texnika instituti katta o'qituvchisi
E-mail mansurochilov2003@gmail.com
ORCID ID 0009-0009-4247-3694
Nematillo MAMATKULOV,
O'zbekiston Milliy universiteti dotsenti
ORCID ID 0009-0000-2728-4507
Anvar ABDUSHUKUROV,
O'zbekiston Milliy universiteti professori
ORCID ID 0000-0003-0879-9614

ODTI dotsenti, PhD G.Yusupova taqrizi asosida

FENIL-2-METILFENOKSIPROPIONATNI SINTEZ QILISH USULI VA UNING TUZILISHINI ANIQLASH

Annotatsiya

Mazkur fenil-2-metilfenoksipropionat sintez qilish usuli ishlab chiqildi. Sintez jarayonida reaksiyaning samaradorligiga erituvchilarning ta'siri batafsil tahlil qilindi. Benzol, aseton, dioksan, dimetilformamid (DMF) va dimetilsulfoksid (DMSO) kabi erituvchilar tanlab olindi. Tajriba natijalariga ko'ra, DMSO eritmasida eng yuqori natija qayd etilib, 86% unum bilan fenil-2-metilfenoksipropionat hosil bo'ldi. Bu esa DMSO erituvchisining yuqori dielektrik konstantasi va yaxshi solvatatsiya xususiyatlari bilan tushuntiriladi. Sintez qilingan yangi organik modda – fenil-2-metilfenoksipropionatning tuzilishi zamonaviy instrumental usullar orqali tasdiqlandi. Sintez qilingan yangi organik modda bo'lgan fenil-2-metilfenoksipropionat zamonaviy IQ, ¹H YaMR va ¹³C YaMR spektrlari yordamida tuzilishi tasdiqlangan.

Kalit so'zlar: almashinish, analiz, biologik faollik, dielektrik konstanta, ekstraktsiya, erituvchi, fenil-2-metilfenoksipropionat, nukleofil, reagent, sintez, spektr, vakuum, 2-metilfenol.

СПОСОБ СИНТЕЗА ФЕНИЛ-2-МЕТИЛФЕНОКСИПРОПИОНАТА И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЕГО СТРУКТУРЫ

Аннотация

Разработан данный метод синтеза фенил-2-метилфеноксипропионата. Детально проанализировано влияние растворителей на эффективность реакции в процессе синтеза. Были выбраны такие растворители, как бензол, ацетон, диоксан, диметилформамид (ДМФА) и диметилсульфоксид (ДМСО). Согласно экспериментальным результатам, наивысший результат зафиксирован в растворе ДМСО, при этом фенил-2-метилфеноксипропионат образовался с выходом 86%. Это объясняется высокой диэлектрической проницаемостью и хорошими сольватирующими свойствами растворителя ДМСО. Структура синтезированного нового органического вещества - фенил-2-метилфеноксипропионата - подтверждена современными инструментальными методами. Строение синтезированного нового органического вещества – фенил-2-метилфеноксипропионата подтверждено с использованием современных ИК, ЯМР ¹H и ЯМР ¹³C спектров.

Ключевые слова: обмен, анализ, биологическая активность, диэлектрическая константа, экстракция, растворитель, фенил-2-метилфеноксипропионат, нуклеофил, реagent, синтез, спектр, вакуум, 2-метилфенол.

METHOD FOR THE SYNTHESIS OF PHENYL-2-METHYLPHENOXYPROPIONATE AND DETERMINATION OF ITS STRUCTURE

Annotation

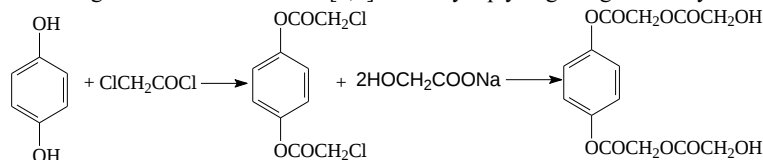
This method for synthesizing phenyl-2-methylphenoxypropionate was developed. The effect of solvents on the efficiency of the reaction during the synthesis process was analyzed in detail. Solvents such as benzene, acetone, dioxane, dimethylformamide (DMF), and dimethylsulfoxide (DMSO) were selected. According to the experimental results, the highest result was recorded in the DMSO solution, with phenyl-2-methylphenoxypropionate formed in a yield of 86%. This is explained by the high dielectric constant and good solvation properties of the DMSO solvent. The structure of the synthesized new organic substance - phenyl-2-methylphenoxypropionate - was confirmed by modern instrumental methods. The structure of the synthesized new organic substance - phenyl-2-methylphenoxypropionate was confirmed using modern IR, ¹H NMR and ¹³C NMR spectra.

Keywords: exchange, analysis, biological activity, dielectric constant, extraction, solvent, phenyl-2-methylphenoxypropionate, nucleophile, reagent, synthesis, spectrum, vacuum, 2-methylphenol.

Fenol sirka naftol sirka, kislotalari va uning hosilalari begona o'tlarni yo'qotishda gerbitsid sifatida ishlatilishi fandan ma'lum. U moddala gerbitsidlik xossalarini namoyon qilish bilan bir qatorda kam konsentratsiyada bo'lsa o'simliklarning o'sishini tezlashtirish xossalariga ham ega. Meva hosilining yetilishini tezlashtirishda, urug'siz pomidorlarni yetishtirishda qishloq xo'jaligida keng qo'llaniladi [1; 2;]. So'ngi yillarda fenollar asosida kasallik keltirib chiqaruvchi mikroorganizmlarga qarshi bakteritsid, fungitsid xossalari birikmalar sintez qilish rivojlanmoqda [9]. Fenollar va ularning hosilalari asosida yangi organik birikmalar sintez qilishning sodda va qulay usulini topish va uni amaliyotga qo'llash hozirgi kunning dalzarb muammolari hisoblanadi. Ushbu muammoni hal qilish maqsadida izlanishlar olib borildi. Ammo fenollarni 2-xlorpropionilxlorid bilan reaksiyalari to'g'risida ma'lumotlar mavjud emas.

Adabiyotlarning tahlili. Respublikamiz dalalarida ekiladigan ekinlarda oxirgi yillarda ildiz chirish va gommoo kasalliklari keng tarqalmoqda. Ildiz chirish kasalligini keltirib chiqaruvchi zamburug' -Thielaviopsis basisola bo'lib, bu zamburug' g' o'zadan tashqari 100 ga yaqin tur o'simliklarda ham uchraydi. Ushbu kasalliklarga qarshi preparatlar sintez qilish ustida ishlar amalga oshirilmoqda va amaliyotda qo'llanilmoqda [3,4].

Fenollar va ularning hosilalarini atsillash reaksiyalarini yanada chuqurroq o'rganish maqsadida ikki atomli fenollarning xloratsetillash reaksiyalari amalga oshirildi. Digidrokisbenzol izomerlari bir nechta reaksiya markazlariga ega bo'lganligi sababli reaksiyalar turli xil sharoitlarda amalga oshirildi [5; 6;]. Erituvchi sifatida xloroform erituvchisi ishlatilganda faqat O-xloroatsetillanish mahsuloti hosil bo'lishi aniqlangan. Gidroxinonni xloroatsetilxlorid bilan 16 soat davomida xloroformda qizdirilganda bis-1,4-O-xloratsetilgidroxinon hosil bo'ladi [7,8]. Reaksiya quyidagi tenglama bo'yicha boradi:



Natriy glikolyatning bis-1,4-O-xloratsetil gidroxinon bilan reaksiyasini DMFA muhitida mos ravishda 1:1:3 molyar nisbatlarda olib borilganda reaksiya 5 soat davom etgan va 76% unum bilan mahsulot olingan. Reaksiya vaqtining yanada oshishi va reagentlarning molyar nisbati mahsulot unumiga ta'sir qilmasligi aniqlangan. Shuning uchun bu reaksiya sharoitlarini optimal deb hisoblash mumkin.

Fenil-2-metilfenoksipropionat rangsiz suyqlik bo'lib, geksan:etilatsat:xloroform sistemada 2:1:1 hajmiy nisbatda silifol UV-254 da bitta dog' ko'rindi $R_f=0,53$. Uning sindirish ko'rsatgichi $nD^{20} = 1.5350$.

Fenil-2-metilfenoksipropionat absolyut benzol eritmasida sintez usuli. Reaksiyada 8,64 g (0,08 g-mol) 2-metilfenol 50 ml absolyut benzolda eritiladi va 1,84 g (0,08 g-mol) natriy metalli bilan birgalikda 2 soat mobaynida natriy 2-metilfenolyat hosil qilinadi. Eritma sovutilgandan so'ng unga 14,72 g (0,08 g-mol) fenil-2-xlorpropionat solinib 6 soat davomida reaksiya olib borildi. So'ngra eritmani 8 % ishqorli suvda yuvib benzolda ekstraksiya qilindi va $CaCl_2$ bilan quritildi. Avval benzol, so'ngra mahsulot vakuumda $T_{qayn.} 290-295\text{ }^{\circ}C/15\text{ mm.sim.ust.}$ haydab ajratildi. Fenil-2-metilfenoksipropionat unumi 13,28 g (65%) ni tashkil qildi.

Fenil-2-metilfenoksipropionatni aseton eritmasida sintez usuli. Reaksiya uchun olingan (0,08 g-mol) miqdordagi 2-metilfenol, kaliy karbonat va fenil-2-xlorpropionatni atseton eritmasida reaksiyasi olib borildi va reaksiya 10 soat davom etdi. Reaksiya tugagandan so'ng kaliy xlorid filtrlab olindi va atseton oddiy sharoitda haydash yo'li bilan ajratildi. Eritma 8 % li ishqorli suvda yuvilib benzolda ekstraksiya qilindi va $CaCl_2$ bilan quritildi. Avval benzol, so'ngra mahsulot vakuumda haydab olindi. Fenil-2-metilfenoksipropionat unumi 15,68 g (77%) ni tashkil etdi.

Fenil-2-metilfenoksipropionatni 1,4-benzodioksan eritmasida sintez usuli. Natriy 2-metilfenolyat 8,64 g (0,08 g/mol) 2-metilfenol bilan 1,84 g (0,08 g-mol) natriy metalli reaksiyasi 1,4-benzodioksan eritmasida olindi. So'ngra unga 14,72 g (0,08 g-mol) fenil-2-xlorpropionat ta'sir ettirilganda reaksiya 3 soat davomida bordi. Reaksiyon aralashmadan natriy xlorid tuzi filtrlab ajratildi va 1,4-benzodioksan oddiy sharoitda haydash yo'li bilan tozalandi. Eritma 8 % ishqorli suvda yuvilib benzolda ekstraksiya qilindi va $CaCl_2$ bilan quritildi. Avval benzol, so'ngra mahsulot vakuumda haydaldi. Fenil-2-metilfenoksipropionat unumi 12,35 g (78%).

Fenil-2-metilfenoksipropionatni DMF eritmasida sintez usuli. Reaksiyada erituvchi sifatida DMF dan foydalanildi va 2-metilfenol bilan 1,84 g (0,08 g-mol) natriy metalli reaksiyasi orqali natriy 2-metilfenolyat 8,64 g (0,08 g-mol) sintez qilindi. Unga 14,72 g (0,08 g-mol) fenil-2-xlorpropionat ta'sir ettirilganda reaksiya 1,5 soat davom etdi. Reaksiyon aralashmadan natriy xlorid tuzi filtrlab ajratildi va DMF oddiy sharoitda haydash yo'li bilan ajratildi. So'ngra mahsulot 8% ishqorli suvda yuvilib benzolda ekstraksiya qilindi keyin $CaCl_2$ bilan quritildi. Avval benzol, so'ngra mahsulot haydab olindi. Fenil-2-metilfenoksipropionat unumi 13,35 g (81%) ni tashkil qildi.

Fenil-2-metilfenoksipropionatni DMSO eritmasida sintez usuli. Reaksiya uchun reagentlar miqdori 0.08 molni tashkil qildi. Natriy 2-metilfenolyatni DMSO eritmasi hosil qilindi. Fenil-2-xlorpropionat bilan 2-metilfenol reaksiyasi 1,5 soat davomida olib borildi. Reaksiya tugagandan so'ng avvalo natriy xlorid filtrlandi va DMSO oddiy sharoitda haydaldi. Reaksiyon mahsulot 8 % li ishqorli suvda yuvilib benzolda ekstraksiya qilindi va $CaCl_2$ bilan quritildi. Avval benzol, keyin esa mahsulot haydab olindi. Fenil-2-metilfenoksipropionat unumi 15,136 g (86%) ni tashkil etdi.

Fenil-2-metilfenoksipropionatning IQ spektri: $\nu_{C=O}=1753, 1756$; $\nu_{C=C}=1589,1600$; $\nu_{C-O-C}=1033$. 1116, 1149, 1230; $\delta_{CH}=690$ (mono alm. ben.); $\delta_{CH}=754$ (1,2 alm. ben.); $\delta_{CH_3}^s=1425$; $\delta_{CH_3}^{as}=1503$; $\nu_{CH}=3031$; $\nu_{CH_3}^{as}=2867,2926$; $\nu_{CH_3}^s=2960$.

Fenil-2-metilfenoksipropionatning 1H YaMR spektri: 1H NMR (600 MHz, tetraxlorometan:Chloroform-d) δ 7.64 (tt, $J=7.4, 1.4$ Hz, 1H), 7.41 – 7.36 (m, 2H), 7.20 – 7.16 (m, 1H), 7.16 – 7.10 (m, 3H), 6.95 (td, $J=7.6, 1.1$ Hz, 1H), 6.89 (dd, $J=8.3, 1.3$ Hz, 1H), 4.96 (q, $J=6.4$ Hz, 1H), 2.17 (d, $J=0.7$ Hz, 3H), 1.54 (d, $J=6.4$ Hz, 3H).

Fenil-2-metilfenoksipropionatning ^{13}C NMR spektri: δ 17.9 (1C, s), 74.5 (1C, s), 77.2 (1C, s), 115.2 (2C, s), 121.3 (2C, s), 123.5-123.6 (2C, 123.5 (s), 123.6 (s)), 129.4-129.6 (4C, 129.5 (s), 129.5 (s)), 131.1 (1C, s), 150.6 (1C, s), 157.0 (1C, s), 168.4 (1C, s).

Tajriba natijalari va tahlili.

Fenil-2-xlorpropionatni 2-metilfenol bilan nukleofil almashinish reaksiyasini turli xil sharoitlarda olib borildi va fenil-2-metilfenoksipropionat sintez qilish usuli ishlab chiqildi. Benzol, aseton, dioksan, DMF va DMSO lar erituvchi sifatida tanlab olindi. Erituvchilar fenil-2-metilfenoksipropionatni unumiga o'z ta'sirini ko'rsatdi. Erituvchi sifatida benzol ishlatilganda reaksiya unumi eng past bo'lib, 65 % ni tashkil etdi.

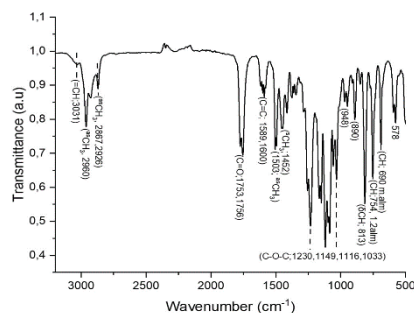
1-jadval

Fenil-2-metilfenoksipropionat	Erituvchilarning reaksiyaning borish vaqti (soatda) ga va unumi (%) ga ta'siri					
	Erituvchi	Benzol	Aseton	Dioksan	DMF	DMSO
	Reaksiya davomiyligi	6	10	3	1,5	1,5
	Unum	65	77	78	81	86

Fenil-2-metilfenoksipropionat sintezida erituvchilarning reaksiya davomiyligi va unumiga ta'siri

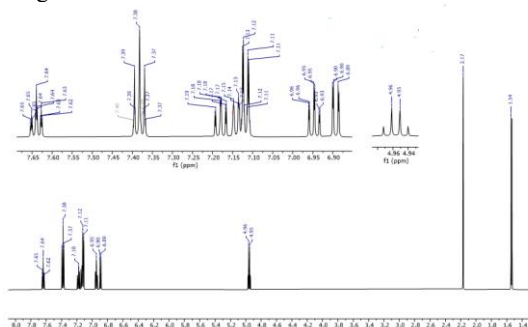
Aseton eritmasida reaksiya vaqti uzoq bo'lishi va dioksanda esa benzol va atsetonga nisbatan reaksiya vaqtining qisqarishi kuzatildi ammo unum nisbatan yuqori bo'lishi aniqlandi. Ushbu reaksiyada DMF va DMSO eritmasida yaxshi natija olindi. Ya'ni reaksiya vaqtining qisqarishi va unumning oshishi aniqlandi. Fenil-2-xlorpropionatni 2-metilfenol bilan nukleofil almashinish reaksiyasida erituvchilarning dielektrik konstantalari ta'sir qiladi degan xulosa kelib chiqdi. Sababi dielektrik konstantalari kattalashgan sari nuleofil reagentni kuchli solvatlashni boshlaydi va nukleofil almashinish reaksiyasi yaxshi borishiga olib keladi.

Sintez qilingan fenil-2-metilfenoksipropionat adabiyot manbalarida ma'lum bo'lmagan yangi organik modda bo'lib, zamonaviy so'ngi rusumli uskunalarda IQ, ^1H YMR va ^{13}C YMR spektrlari olindi. Olingan spektrlar tahlil qilindi va uning tuzilishi aniqladi [10,11].



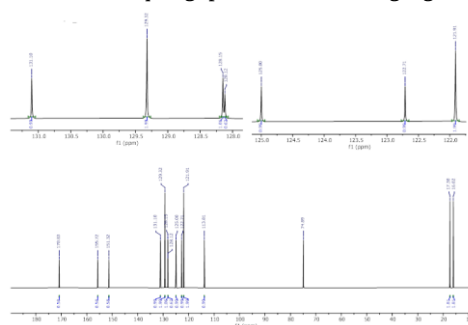
1-Rasm. Fenil-2-metilfenoksipropionatning IO spektri

Sintez qilingan fenil-2-metilfenoksipropionatning IQ-spektri yordamida isbotlandi. Fenil-2-metilfenoksipropionatning IQ spektrida dastabki reagent fenoldagi OH guruhiga xos tebranish sohalarning yo'qolishi reaksiya natijasida yangi modda hosil bo'lishini ko'rsatdi. Fenil-2-metilfenoksipropionatning $C=O$ guruhiga valent tebranishga xos yutilish chiziqlari 1753, 1756 sm^{-1} sohalarda, 1589, 1600 sm^{-1} sohalarda $C=C$ ning valent tebranishi, 1033, 1116, 1149, 1230 sohalarda $C-O-C$ guruhiga xos valent tebranishlar, 690 sm^{-1} (mono alm. benz.) CH guruhiga xos defarmatsiyoni tebranishi, 1452 sm^{-1} sohada CH_3 guruhining simmetrik va 1503 sm^{-1} sohada assimetrik tebranishlari, 3031 sm^{-1} sohada $=CH$ guruhining valent tebranishi va 2867, 2926 sohalarda metil guruhning assimetrik va 2960 sohada valent tebranishlari namoyon bo'ldi (1-rasm).



2-Rasm. Fenil-2-metilfenoksipropionatning ^1H YaMR spektri

¹H YaMR (δ, ppm) spektrida fenil-2-fenoksi propionatning metilenga bogʻlangan metil (CH_3) guruhi ning protonlarni 1.54 m.u. sohada dublet, karbonil va kislorod bogʻlangan CH guruhi dagi protonlar quartet 4.96 m.u. sohada, aromatik halqaga birikkan (CH_3) guruhi 2.17 m.u. sohada dublet, aromatik halqadagi proton atomlarining signali 6.89-7.64 m.u. sohalarda kuzatildi.



3-Rasm. Fenil-2-metilfenoksipropionatning ^{13}C YaMR spektri

¹³CYMR- fenil-2-fenoksipropionat spektrida 17 ta C atomiga xos cho‘qqilar mavjudligi ko‘rindi. Spektrdagi 16 ta 17.9, 77.2, 115.2, 121.3, 123.5, 123.6, 129.4, 29.6, 131.1, 150.6, 157.0, 168.4 sohada singlet cho‘qqilar fenil-2-metilfenoksipropionat molekulasiga tegishli bo‘lib, uning tuzilishini tasdiqlaydi. Spektrdagi 74.5 sohadagi singlet cho‘qqi esa erituvchi xloroformga tegishli.

Xulosa. O'tkazilgan tadqiqotlarda fenil-2-xlorpropionat bilan 2-metilfenolning nukleofil almashinish reaksiyalari asosida ilgari adabiyotlarda qayd etilmagan yangi organik modda – fenil-2-metilfenoksipropionat sintez qilindi. Reaksiyalar turli erituvchilar ishtirokida olib borilib, ularning dielektrik konstantalariga ko'ra ta'siri baholandi. Benzol, aseton, dioksan, DMF va

DMSO erituvchilaridan foydalanilganda samarali natijalar kuzatildi, ayniqsa DMSO erituvchisida 86% unum bilan yuqori hosil olishga erishildi. Bu natija DMSOning yuqori qutbliligi va solvatatsiya xususiyatlari bilan nazariy jihatdan asoslab berildi.

Sintez qilingan yangi moddaning tuzilishi zamonaviy instrumental tahlil usullari – infraqizil spektroskopiya (IQ), proton yadroviy magnit rezonansi (^1H YaMR) va uglerod yadroviy magnit rezonansi (^{13}C YaMR) yordamida ishonchli tarzda tasdiqlandi. Tadqiqot natijalari yangi organik birikmalar sintezi uchun samarali usullarni ishlab chiqishda hamda ularning amaliy qo'llanilish imkoniyatlarini kengaytirishda muhim ahamiyatga ega.

Mazkur sintez qilingan fenil-2-metilfenoksipropionat istiqbolda biologik faol birikma sifatida farmatsevtika va boshqa sohalarda qo'llanilishi mumkinligi sababli, uning biologik xossalarini o'rganish alohida ahamiyat kasb etadi.

ADABIYOTLAR

1. Yamali C., Tugrak M., Gul H.I., et al. The inhibitory effects of phenolic Mannich bases on carbonic anhydrase I and II isoenzymes. *Journal of enzyme inhibition and medicinal chemistry*. 2016. V.31(6). -P.1678-1681.
2. Fishman A, Tao Y, Wood T. K. Toluene 3-Monooxygenase of *Ralstonia pickettii* PKO1 Is a para-Hydroxylating Enzyme//*J.Bacteriology*. 2024. V.186(10). -P.3117–3123.
3. Mamatkulov N.N., Yakubov L. E. Synthesis of o-tolylphenoxyastatin through a nucleophilic substitution reaction from o-toluoyl chloride and examination of it's biological activity/ *Nat. Volatiles & Essent. Oils*, 2021. -№ 8(5). -P. 12125-12131.
4. Mamatkulov N.N., Yakubov L. E. Madusmanova N.K., Khoshimkhanova M.A. Method for the Synthesis and Bioavailability of Phenol-4-Methoxyphenoxy-acetate by Nucleophilic Exchange Reaction/ *Nat. Volatiles & Essent. Oils*, 2021. -№ 8(5). – P. 12140-12144.
5. Mamatkulov N.N., Khoshimkhanova M.A., Development of the mechanism of action and reaction of O-chloroacetylation/ *International Journal of advanced Research in Science, Engineering and Technology*. 2020.-Vol. 7. –Is. 1. -P. 12636-12639. (IF-6.684).
6. R. Roswanda., A.D. Sirampun., R. Mukti. A Straightforward Selective Acylation of Phenols over ZSM-5 towards Making Paracetamol Precursors // *Bulletin of Chemical Reaction Engineering and Catalysis*. 2018. V.13. №3 -P. 472-487.
7. W-J. Liao., S-Y. Lin., Y-S Kuo. Site-Selective Acylation of Phenols Mediated by a Thioacid Surrogate through Sodium Thiosulfate Catalysis// *Org. Lett*. 2022. V.24. №23. -P. 4207–4211.
8. Чориев А. У., Бердимуродов Э. Т. Тошпулатов Т. И. Садикова С. Б Синтез 1,4-фенилен дикарбоксиметиленгликолята//*Universum: химия и биология*. 2020. Вып. №5(71). -С. 54-58.
9. Г.А.Гулиева., Г.М.Аскарова., А.М.Магеррамов., М.Р.Байрамов., М.А.Агаева. Исследование бактерицидных и противогрибковых свойственных пиридиниевых производных на основе фенольных оснований Манниха//*Биомедицина*. 2020. Т. 18. №3. -С.16-20.
10. Г.А.Гулиева., Г.М.Аскарова., А.М.Магеррамов., М.Р.Байрамов., М.А.Агаева. Исследование бактерицидных и противогрибковых свойственных пиридиниевых производных на основе фенольных оснований Манниха//*Биомедицина*. 2020. Т. 18. №3. -С.16-20.