



UDK:5433234

**Umida U. MATKARIMOVA,**

Tayanch doktorant, Toshkent davlat texnika universiteti, Toshkent, O'zbekiston

E-mail: [umidamatkarimova2@gmail.com](mailto:umidamatkarimova2@gmail.com), ORCID: 0009-0008-4211-8919

**Nigora X. QUTLIMUROTOVA,**

K.f.d., professor, O'zbekiston Milliy universiteti, Toshkent, O'zbekiston

**Jasur B. TURSUNQULOV,**

PhD, dotsent, Alfraganus universiteti, Toshkent, O'zbekiston

**Muattar M. SOBIRJONOVA,**

Tayanch doktorant, Namangan davlat texnika universiteti, Namangan, O'zbekiston

E-mail: [muattarxonsobirjonova7@gmail.com](mailto:muattarxonsobirjonova7@gmail.com) ORCID:0009-0000-5664-7194

K.f.d. D.Rahmonova taqrizi asosida

### ELEKTROKIMYOVIY OKSIDLASH ORQALI SINTEZ QILINGAN P-BROMFENILSIRKA KISLOTA TOZALIGINI YUPQA QATLAMLI XROMATOGRAFIYA(TLC) YORDAMIDA ANIQLASH

Annotsiya

Ushbu tadqiqotda p-brometilbenzolni atsetonitril–suv muhitida elektrokimyoviy oksidlash orqali p-bromfenilsirka kislotasini sintez qilishning ekologik toza usuli ishlab chiqildi. Jarayon 0,1 M K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> fon elektroliti ishtirokida grafit elektrodlar yordamida amalga oshirildi. Siklik voltamperometrik usulda platina elektrod yuzasida kislorodning chiqish unumi Tafel grafigi asosida hisoblandi. Hosil bo'lgan mahsulot yupqa qatlamli xromatografiya (YQX) yordamida identifikatsiya qilindi. YQX silika gel 60 plastinkalarda, geksan : etil asetat (3:1, v/v) erituvchi tizimida olib borildi. Sintez mahsulotining R<sub>f</sub> qiymati (0,35) etalon modda qiymati (0,34) bilan mos kelib, maqsadli modda hosil bo'lganini tasdiqladi. Taklif etilgan yondashuv ekologik toza sintez va oddiy analitik nazoratni birlashtirib, laboratoriya sharoitida samarali qo'llanishi mumkin.

**Kalit so'zlar:** p-bromoetilbenzol, p-bromofenilsirka kislotasi, elektrokimyoviy oksidlanish, yupqa qatlamli xromatografiya, yashil kimyo.

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЧИСТОТЫ p-БРОМФЕНИЛУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ, СИНТЕЗИРОВАННОЙ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ ОКИСЛЕНИЕМ, МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ (ТСХ)

Аннотация

В данном исследовании разработан экологически безопасный метод синтеза p-бромфенилуксусной кислоты путем электрохимического окисления p-бромэтилбензола в среде ацетонитрил–вода. Процесс осуществлялся с использованием графитовых электродов в присутствии фоновго электролита 0,1 М К<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. С помощью циклической вольтамперометрии на платиновом электроде был рассчитан выход выделения кислорода на основе анализа графика Тафеля. Полученный продукт был идентифицирован методом тонкослойной хроматографии (ТСХ). Анализ ТСХ проводился на пластинках Silica gel 60 в системе растворителей гексан : этил ацетат (3:1, об./об.). Значение R<sub>f</sub> синтезированного продукта (0,35) совпадает со значением эталонного образца (0,34), что подтверждает образование целевого соединения. Предложенный подход объединяет экологически чистый синтез и простой аналитический контроль и может быть эффективно применён в лабораторных условиях.

**Ключевые слова:** p-бромэтилбензол, p-бромфенилуксусная кислота, электрохимическое окисление, тонкослойная хроматография, зелёная химия.

### DETERMINATION OF THE PURITY OF p-BROMOPHENYLACETIC ACID SYNTHESIZED BY ELECTROCHEMICAL OXIDATION USING THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY (TLC)

Annotation

In this study, an environmentally friendly method for the synthesis of p-bromophenylacetic acid was developed via electrochemical oxidation of p-bromoethylbenzene in an acetonitrile–water medium. The process was carried out using graphite electrodes in the presence of 0.1 M K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> as a supporting electrolyte. Using cyclic voltammetry, the oxygen evolution yield on a platinum electrode was calculated based on Tafel plot analysis. The obtained product was identified by thin-layer chromatography (TLC). TLC analysis was performed on Silica gel 60 plates using a hexane : ethyl acetate (3:1, v/v) solvent system. The R<sub>f</sub> value of the synthesized product (0.35) closely matched that of the reference compound (0.34), confirming the formation of the target compound. The proposed approach combines green synthesis with simple analytical control and can be effectively applied under laboratory conditions.

**Keywords:** p-bromoethylbenzene, p-bromophenylacetic acid, electrochemical oxidation, thin-layer chromatography, green chemistry.

**Kirish** Fenilsirka kislota va uning hosilari zamonaviy organik kimyo, farmatsevtika, agrotexnika va materialshunoslik sohalarida muhim ahamiyatga ega bo'lgan oraliq birikmalar hisoblanadi. Ayniqsa, halqada elektron tortuvchi substituentlarga ega hosilalar biologik faol moddalar sintezida keng qo'llaniladi. Shu jumladan, p-bromfenilsirka kislota farmatsevtik preparatlar va funksional materiallar sintezida muhim strukturaviy fragment sifatida qaraladi. An'anaviy oksidlash usullari ko'pincha kuchli

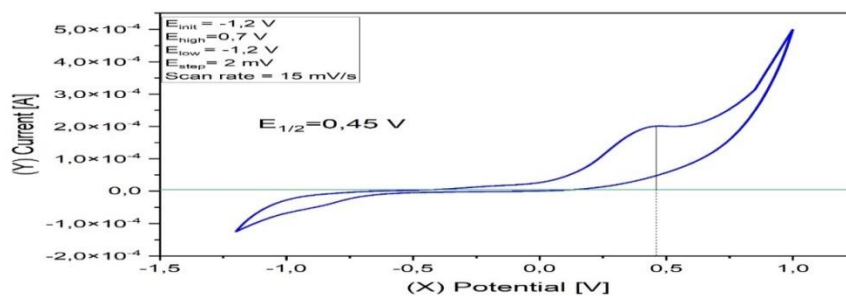
oksidlovchi reagentlar, yuqori harorat va ko'p bosqichli texnologik jarayonlarni talab qiladi. Bunday sharoitlar ekologik jihatdan noqulay bo'lib, qo'shimcha chiqindilar hosil bo'lishiga olib keladi. Shu sababli, so'nggi yillarda organik sintezda elektrokimyoviy yondashuvlar muqobil, ekologik toza usul sifatida keng rivojlanmoqda. Elektrokimyoviy oksidlash jarayonlarida tashqi oksidlovchi reagentlar o'rniga elektr toki qo'llanilishi natijasida reaksiya selektivligi oshadi va jarayonni nozik boshqarish imkoniyati yuzaga keladi. Aromatik birikmalarning yon zanjirlarini elektrokimyoviy oksidlash orqali funksional guruhlarni kiritish, xususan, benzil fragmentlarni karboksil guruhlarga aylantirish dolzarb ilmiy yo'nalishlardan biri hisoblanadi. Bunday jarayonlarda reaksiya samaradorligi elektrod materiali, erituvchi muhiti va fon elektrolit xususiyatlariga bog'liq bo'ladi. Shu bilan birga, hosil bo'lgan mahsulotlarni tezkor va ishonchli identifikatsiya qilish ham muhim ahamiyatga ega. Yupqa qatlamli xromatografiya (TLC) organik birikmalarni sifat jihatdan aniqlashda sodda, tezkor va samarali usullardan biri bo'lib, ushbu usul yordamida reaksiya jarayonini monitoring qilish, komponentlarni ajratish va mahsulot tozaligini baholash mumkin.

**Mavzuga oid adabiyotlar tahlili.** Dastlab, fenilsirka kislota o'simlik o'sish gormoni sifatida tasvirlangan. Keyinchalik, u fenilalanin metabolizmining parchalanish mahsuloti sifatida inson plazmasi va siydigidan ajratilgan. Inson tanasi suyuqliklarida normal fenilsirka kislota konsentratsiyasi surunkali buyrak kasalligi (CKD), fenilketonuriya yoki ruhiy kasalliklar kabi turli kasalliklar bilan bog'liq[1]. Shu bilan birga fenilsirka kislota aromatik komponentlarning bakterial degradatsiyasida ishtirok etadigan markaziy oraliq metabolitdir. Fenilsirka kislota biofilm shakllanishi va mikroblarga qarshi faollikda ishtirok etadi[2]. So'nggi tadqiqotlar benzil hosilalardan elektrokimyoviy usullar orqali fenilsirka kislotasi va hosilalarini olish mumkinligini ko'rsatmoqda. Xususan, CO<sub>2</sub> ishtirokida elektrokarboksillash reaksiyalari orqali yuqori selektivlik bilan aromatsirka kislotalar olinishi aniqlangan [3,4]. Shuningdek, benzil C–H bog'larini elektrokimyoviy oksidlash orqali fenilsirka hosilalarini olish samarali yo'nalish sifatida rivojlanmoqda[5]. Bundan tashqari,  $\alpha,\alpha$ -dixlorbenzil hosilalarini elektrokimyoviy karboksillash orqali  $\alpha$ -xlorfenilsirka kislotasi hosilalari sintez qilinishi mumkinligi ko'rsatilgan bo'lib, bu usul yuqori selektivlik va funksional guruhlarga chidamliligi bilan ajralib turadi[6]. Zamonaviy tadqiqotlarda elektrokimyoviy sintez organokataliz, mediatorlar va fotoelektrokimyoviy yondashuvlar bilan birlashtirilib, yuqori selektiv va energiya tejankor jarayonlar ishlab chiqilmoqda[7]. Elektrokimyoviy sintezning muhim afzalliklaridan biri - chiqindilar miqdorining kamayishi va yon mahsulotlarning minimal hosil bo'lishidir. Elektronlar bevosita "reagent" sifatida ishtirok etgani sababli reaksiya yo'nalishini aniq boshqarish mumkin bo'ladi, bu esa yuqori selektivlik va samaradorlikni ta'minlaydi[8].

**Tadqiqot metodologiyasi.** p-brometilbenzolni elektrokimyoviy oksidlash orqali p-bromfenilsirka kislotasini sintez qilish hamda olingan mahsulotning tozaligi va identifikatsiyasini yupqa qatlamli xromatografiya usuli yordamida baholash ishning asosiy metodologiyasi hisoblanadi. Tajriba uchun quyidagi reagentlardan foydalanildi. p-brometilbenzol ( $\geq 98\%$ ), Atsetonitril(AN), K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ( $\geq 99\%$ ), Silika gel 60 bilan qoplangan alyuminiy plastinkalar, Geksan va etil asetat, p-bromofenilsirka kislotasi (etalon), Distillangan suv.

**Tahlil va natijalar.** p-Bromfenilsirka kislota p-brometilbenzolni elektrokimyoviy oksidlash orqali sintez qilindi. Tajriba uchun elektrodli elektrokimyoviy tizimda olib borildi: anod sifatida sirt maydoni 1.0 cm<sup>2</sup> bo'lgan platina elektrod, katod sifatida sirt maydoni 0.5 cm<sup>2</sup> bo'lgan platina elektrod va ma'lumot elektrod sifatida kumush/xlorid (Ag/AgCl) elektrod qo'llanildi. Elektrolit eritmasi atsetonitril (40 ml) va distillangan suvning 1:1 (v/v) nisbatdagi aralashmasida tayyorlandi. Eritmaga p-brometilbenzol 5 ml 0.05 mol/L-konsentratsiyada va fon elektrolit sifatida K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 15 ml 0.10 mol/L konsentratsiyada qo'shildi. Umumiy eritma hajmi 100 mL ni tashkil etdi. Tayyorlangan eritma magnit aralashtirgich yordamida 400 min–1400min<sup>-1</sup> tezlikda doimiy aralashtirib turildi. Elektrokimyoviy oksidlash jarayoni xona haroratida (T $\approx$ 298 K,) potensial nazorat ostida potentsiostat-galvanostat CS350M EIS yordamida amalga oshirildi. Elektroliz 0.6–0.8 V (Ag/AgCl ga nisbatan) potensial oralig'ida 2–3 soat davomida olib borildi. Jarayon davomida tokning asta-sekin kamayishi va eritma rangining o'zgarishi reaksiyaning borishini ko'rsatdi. Elektroliz yakunlangach, eritma erituvchilardan qisman bug'latildi, so'ngra suv bilan suyultirildi va hosil bo'lgan mahsulot etil asetat yordamida ekstraksiya qilindi. Organik faza natriy sulfat (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) ustida quritildi va erituvchi vakuum ostida bug'latildi. Natijada p-bromofenilsirka kislota olinib, uning tozaligi va identifikatsiyasi yupqa qatlamli xromatografiya (TLC) yordamida tasdiqlandi.

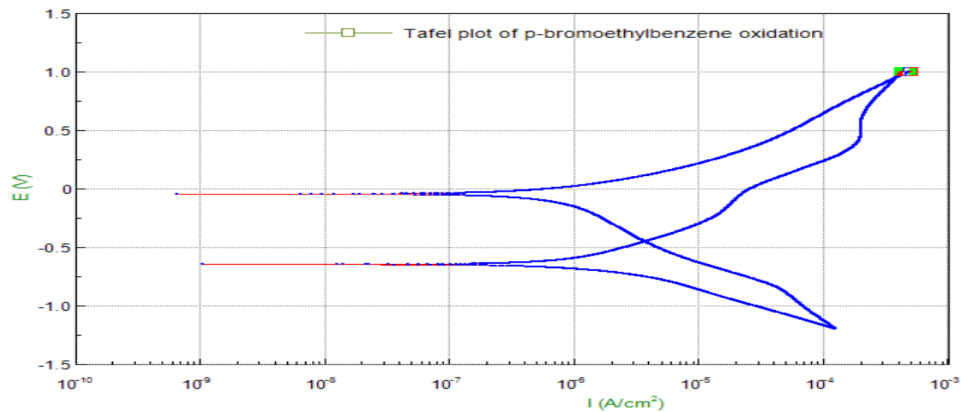
Siklik voltamperometriya (CV) tahlilip-brom etilbenzolning elektrokimyoviy oksidlab p-br fenilsirka kislota olish jarayoni siklik voltamperometriya usuli yordamida amalga oshirildi. Tajriba –1.2 V dan 0.7 V gacha potensial oralig'ida, 15 mV/s skanerlash tezligida olib borildi. Voltamperogrammada tokning potensialga bog'liqligi shuni ko'rsatadiki, manfiy potensiallar sohasida tok qiymati nolga yaqin bo'lib, bu hududda sezilarli elektrokimyoviy jarayon sodir bo'lmaydi. Grafikda keltirilgan yashil gorizontol chiziq nol tok (I = 0) holatini, ya'ni bazis chiziqni ifodalaydi. Ushbu chiziq fon tokini aks ettirib, elektrokimyoviy tizimning barqarorligini ko'rsatadi. Tokning mazkur chiziqdan og'ishi elektrod jarayonining boshlanishini bildiradi. Potensialning musbat tomonga ortishi bilan tokning asta-sekin o'sishi, so'ngra keskin ortishi kuzatiladi. Bu holat p-brom etilbenzolning anod oksidlanish jarayoni boshlanishini ko'rsatadi.



1-rasm. p-Br etilbenzolni elektrokimyoviy oksidlanish siklik voltamperogrammasi.

Voltamperogramma asosida oksidlanishning boshlanish potentsiali ( $E_{\text{onset}} \approx 0.47$  V) aniqlanib, bu qiymat moddaning o'rtacha potentsialda oksidlanishga moyilligini bildiradi. Onset potentsial tokning nol chiziqdan sezilarli og'ishi asosida baholandi. Grafikda aniq katodik pikning kuzatilmagligi va qaytish yo'nalishida mos signalning yo'qligi elektrokimyoviy jarayonning qaytmas

(irreversible) xarakterga ega ekanligini ko'rsatadi. Bu holat oksidlanish natijasida hosil bo'ladigan oraliq zarrachalarning (radikal-kationlarning) barqaror emasligi hamda keyingi kimyoviy bosqichlarga tez o'tishi bilan izohlanadi. Shuningdek, tokning silliq va uzluksiz ortib borishi jarayonning asosan diffuziya va kinetik omillar bilan boshqarilishini ko'rsatadi. Yuqori potentsiallarda tokning keskin oshishi oksidlanish tezligining ortishini bildiradi.



2-rasm. p-Br etilbenzolni elektrokimyoviy oksidlanish Tafel grafigi.

p-bromoetilbenzolning elektrokimyoviy oksidlanishi jarayonida hosil bo'lgan p-bromofenilsirka kislotaning kinetik xususiyatlarini aniqlash maqsadida Tafel grafigi ( $E$  ga nisbatan  $\log I$ ) qurildi (2-rasm). Tajriba natijalariga ko'ra, yarim-logarifmik koordinatalarda ( $E - \log i$ ) anodik va katodik yo'nalishlarda egri chiziqlar kuzatildi. Past tok zichliklari sohasida ( $10^{-9} - 10^{-7}$  A/cm<sup>2</sup>) potentsialning deyarli o'zgarmasligi jarayonning sekin boshlanishini va aktivatsiya energiyasi yuqoriligini ko'rsatadi. Tok zichligi ortishi bilan ( $10^{-6} - 10^{-4}$  A/cm<sup>2</sup> diapozonda) potentsial keskin oshib boradi, bu esa oksidlanish jarayonining tezlashgan kinetik rejimga o'tganini bildiradi. Grafigida kuzatilgan ikki tarmoqli (anodik va katodik) xulq elektron almashinish jarayonining qaytmas (irreversible) xarakterga ega ekanligini ko'rsatadi. Ayniqsa, anodik yo'nalishda potentsialning tez ortishi p-bromoetilbenzol molekulasining oksidlanishi natijasida barqaror oraliq mahsulotlar hosil bo'lishi bilan izohlanadi. Yuqori potentsiallar sohasida ( $\approx 0.8 - 1.0$  V) tokning keskin ortishi oksidlanish jarayonining intensivlashganini va p-bromofenilsirka kislotaning shakllanishi samarali kechayotganini ko'rsatadi. Olingan Tafel grafigi p-bromoetilbenzolning elektrokimyoviy oksidlanishi murakkab, ko'p bosqichli va kinetik jihatdan nazorat qilinadigan jarayon ekanligini tasdiqlaydi. Ushbu natijalar sintez jarayonining mexanizmini tushunish va optimal sharoitlarni tanlashda muhim ahamiyatga ega.

#### Yupqa qatlamli xromatografiya (TLC) tahlili va natijalari

Sintez qilingan mahsulotni aniqlash va tozaligini baholash yupqa qatlamli xromatografiya (TLC) usuli yordamida amalga oshirildi. Tahlil silika gel 60 bilan qoplangan alyuminiy plastinkalarda bajarildi. Harakatlanuvchi faza sifatida geksan va etil asetatning 3:1 (v/v) nisbatdagi aralashmasi qo'llanildi. Ushbu erituvchi tizimi komponentlarning polarlik darajasiga asoslangan samarali ajralishni ta'minladi: kam polar boshlang'ich modda yuqoriroq tezlik bilan harakatlandi, ko'proq polar mahsulot esa silika gel bilan kuchliroq o'zaro ta'sirlashib sekinroq migratsiyalandi. Namuna va etalon modda kapillyar yordamida plastinkaning boshlang'ich chizig'iga surildi. Plastinka erituvchi bug'lari bilan to'yintirilgan yopiq kamerada rivojlanirildi. Ajratish tugagach, plastinka quritildi va UV (254 nm) ostida ko'rib chiqildi. Moddalarning harakatlanish darajasi  $R_f$  qiymati orqali baholandi:

$$R_f = \frac{\text{modda bosib o'tgan masofa}}{\text{erituvchi fronti bosib o'tgan masofa}}$$

Yupqa qatlamli xromatografiya natijalari sintez mahsulotining tarkibini baholash va uni identifikatsiya qilish imkonini berdi. Olingan natijalar quyidagi jadvalda keltirilgan:

(1-jadval)

Modda	$R_f$
p-Brometilbenzol	0,72
p-Bromfenilsirka kislotasi (etalon)	0,34
Sintez mahsuloti	0,35

Sintez mahsulotining  $R_f$  qiymati (0,35) etalon modda qiymati (0,34) bilan deyarli mos keladi. Bu esa hosil bo'lgan moddaning p-bromfenilsirka kislotasi ekanligini ishonchli tarzda tasdiqlaydi. TLC plastinkada boshlang'ich moddaning dog'i yuqoriroq joylashgani ( $R_f = 0,72$ ) uning kamroq polar ekanligini ko'rsatadi. Aksincha, karboksil guruh tutgan mahsulot silika gel bilan kuchliroq ta'sirlashadi va sekinroq harakatlanadi ( $R_f \approx 0,35$ ). TLC plastinkada namuna bitta asosiy aniq dog' ko'rinishida kuzatildi, bu uning yuqori tozalikka ega ekanligini bildiradi.

**Xulosa va takliflar.** Mazkur tadqiqotda p-brometilbenzol ning elektrokimyoviy oksidlanishi orqali p-bromfenilsirka kislotasini sintez qilishning samarali va ekologik xavfsiz usuli ishlab chiqildi. Jarayon atsetonitrit-suv muhitida,  $K_2SO_4$  fon elektroliti ishtirokida va nazorat qilinadigan potentsial sharoitida muvaffaqiyatli amalga oshirildi.

Siklik voltamperometriya natijalari oksidlanish jarayonining qaytmas (irreversible) xarakterga ega ekanligini, shuningdek reaksiyaning boshlanish potentsiali  $E_{onset} \approx 0.47$  V atrofida ekanligini ko'rsatdi. Bu qiymat substratning elektrokimyoviy faolligi o'rtacha ekanligini va jarayon kinetik jihatdan boshqarilishini tasdiqlaydi. Tafel tahlili esa elektron almashinish bosqichi reaksiyaning tezlikni chekllovchi bosqichi ekanligini ko'rsatib, mexanizmi chuqurroq tushunishga imkon berdi.

Mahsulotning identifikatsiyasi va tozaligi yupqa qatlamli xromatografiya yordamida baholandi. TLC natijalariga ko'ra, sintez mahsulotining  $R_f$  qiymati (0,35) etalon modda (0,34) bilan deyarli mos kelib, maqsadli modda muvaffaqiyatli hosil bo'lganini ishonchli tasdiqladi. Plastinkada bitta aniq dog'ning kuzatilishi mahsulotning yuqori darajada tozaligini ko'rsatdi.

Taklif etilgan elektrokimyoviy yondashuv an'anaviy oksidlash usullariga nisbatan bir qator afzalliklarga ega: kuchli oksidlovchi reagentlar talab etilmaydi, chiqindilar miqdori kamayadi va jarayonni aniq nazorat qilish imkoniyati mavjud. Ushbu

usul aromatik birikmalarni funksionalizatsiya qilishda, ayniqsa yon zanjirlarni karboksil guruhlariga aylantirishda istiqbolli va amaliy jihatdan muhim yo'nalish sifatida baholanishi mumkin.

#### ADABIYOTLAR

1. Schulz A., Jankowski J. Phenylacetic acid // *Uremic Toxins*. – 2012. – C. 99-107.
2. Jiao M. et al. Progress in structural and functional study of the bacterial phenylacetic acid catabolic pathway, its role in pathogenicity and antibiotic resistance // *Frontiers in Microbiology*. – 2022. – T. 13. – C. 964019.
3. Efficient electrochemical synthesis of phenylacetic acid derivatives utilizing CO<sub>2</sub> Dong W., Zhang Y., Li X., et al. Efficient electrochemical synthesis of phenylacetic acid derivatives utilizing CO<sub>2</sub> // *Journal of CO<sub>2</sub> Utilization*. – 2024. – Vol. 74. – Article 102546.
4. Electrocarboxylation of benzylic compounds for synthesis of arylacetic acids Maret C., Lefèvre G., Tessier A., et al. Electrocarboxylation of benzylic compounds for synthesis of arylacetic acids // *Molecules*. – 2023. – Vol. 28. – No. 18. – Article 6704.
5. Electrochemical benzylic C–H oxidation toward value-added chemicals Liu J., Wang H., Chen Z., et al. Electrochemical benzylic C–H oxidation toward value-added chemicals // *ACS Catalysis*. – 2022. – Vol. 12. – No. 15. – P. 9456–9465.
6. New phenylacetic acid derivatives: synthesis and biological activity Al-Qudah M. A., Al-Zoubi R. M., et al. New phenylacetic acid derivatives: synthesis and biological activity // *Molbank*. – 2024. – Issue 2024(2). – Article M1837.
7. Organic electrosynthesis: a sustainable approach Yan M., Kawamata Y., Baran P. S. Organic electrosynthesis: a sustainable approach // *Nature Reviews Chemistry*. – 2022. – Vol. 6. – P. 427–442.
8. Synthetic organic electrochemistry: an enabling and innately sustainable method Horn E. J., Rosen B. R., Baran P. S. Synthetic organic electrochemistry: an enabling and innately sustainable method // *Chemical Reviews*. – 2022. – Vol. 122. – No. 2. – P. 1067–1139.