

2-ИЗОПРОПИЛ-5-МЕТИЛФЕНИЛХЛОРАЦЕТАТ СИНТЕЗ ҚИЛИШ УСУЛИ

Маматқулов Нематилло Нарзуллаевич

Ўзбекистон миллий университети кимё факультети доценти

Ибрагимов Тохирбек Эгамшукурович

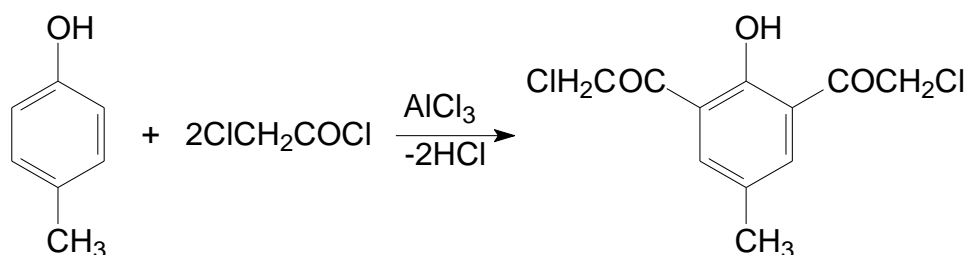
Тошкент кимё технология институти ноорганик
моддалар кимёвий технология факультети ўқитувчиси

ABSTRACT

Ушбу мақолада 2-изопропил-5-метилфенол хлорацетилхлорид билан реакцияси бензол ва 1,4-бензодиоксан билан реакциялари илк бор олиб борилди. Ушбу реакцияда модда унуми эритувчи ва реакция олиб бориш шароитига боғлиқ бўлиши аниқланди. 2-Изопропил-5-метилфенолнинг натрий метали билан таъсирлашишидан 2-изопропил-5-метилфенолят олиб хлорацетиллаш реакция олиб борилганда унум юқори бўлиши кузатилди. Ҳосил бўлган янги модданинг тузилиши ИҚ-, H^1 бўйича ЯМР ва C^{13} бўйича ЯМР спектрлари орқали тасдиқланди.

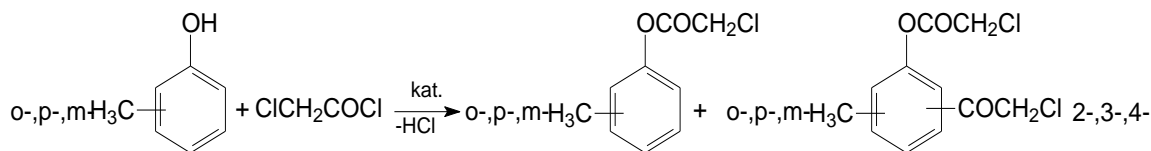
Keywords: Хлорацетилхлорид, фенол, крезол, катализатор, бензол, эритувчи, экстракция, вакуум, колба, натрий метали, О-ациллаш, С-ациллаш, инглет, аралашма, 1,4-бензодиоксан.

Адабиёт манбаларидан маълумки, п-крезол кўп миқдордаги $AlCl_3$ иштирокида хлорацетилланганда моноацилмаҳсулот 2-гидрокси-5-метилфенацилхлорид ҳосил бўлади. Агар катализатор миқдори икки марта оширилганда эса диацилмаҳсулот 2,6-дихлорацетат-4-метилфенол ҳосил бўлиб, у 26 % ни ташкил этган [1-2].



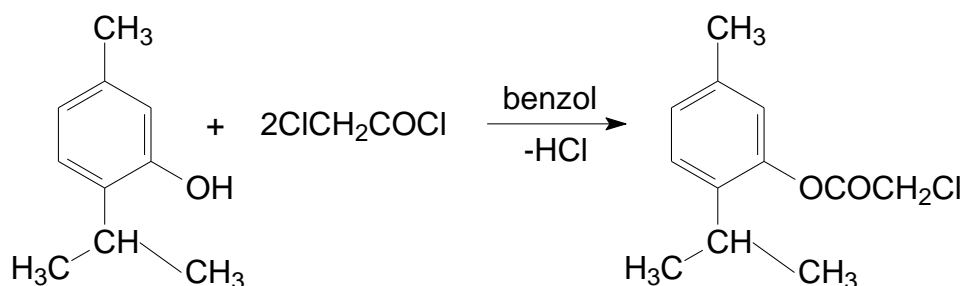
Фенол ва о-, м- ва п-крезолларни каталитик миқдордаги $FeCl_3$, $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, $ZnCl_2$, $Fe_2(SO_4)_3$ ва ТАА катализаторлар иштирокида хлорацетилхлорид билан

реакцияси олиб борилган. Реакция натижасида О-ациллаш реакцияси бориб, фенил- ва о-, м- ва п-толилхлорацетатлар ҳосил бўлган. Ароматик ҳалқага С-ациллаш реакцияси бориб, турли хил изомерлар ҳосил бўлиши аниқланган [3-4].



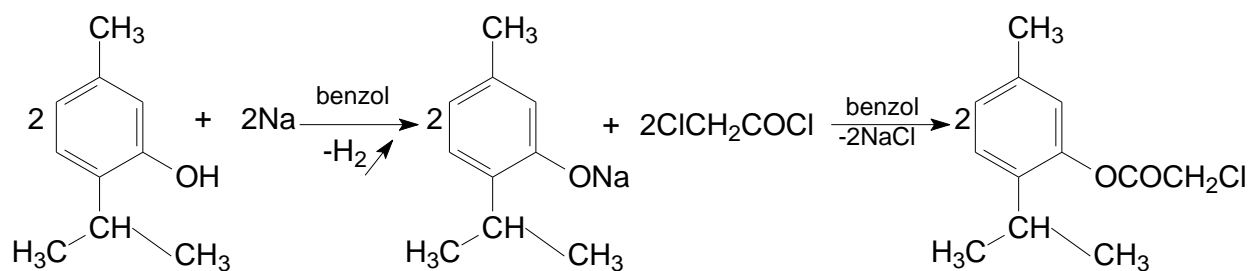
Ушбу олимлар томонидан фенол ва изомер крезолларни бензол эритмасида хлорацетиллаш реакцияси олиб борилганда фақат О-ацилмаҳсулот ҳосил бўлиши аниқланган.

Янги органик моддалар синтез қилиш мақсадида 2-изопропил-5-метилфенол, бензол ва 1,4-бензодиоксан эритмасида хлорацетилхлорид билан реакцияси ўрганилди. Реакция натижасида индивидуал ҳолдаги битта модда ҳосил бўлиши аниқланди.



Реакция натижасида

2-изопропил-5-метилфенол хлорацетиллаш реакцияни натрий метали иштирокида олиб борилганда ҳам юқорида келтирилган модда ҳосил бўлиши аниқланди. Модданинг юпқа қатлам хроматографияси текширилганда битта модда борлиги кўринди. Ажратиб олинган модданинг тузилиши ИҚ ва ПМР спектрлари орқали тасдиқланди. Реакция қуйидаги схема бўйича боради.



Ажратиб олинган модданинг тузилиши ИҚ ва ПМР спектрлари орқали тасдиқланди.

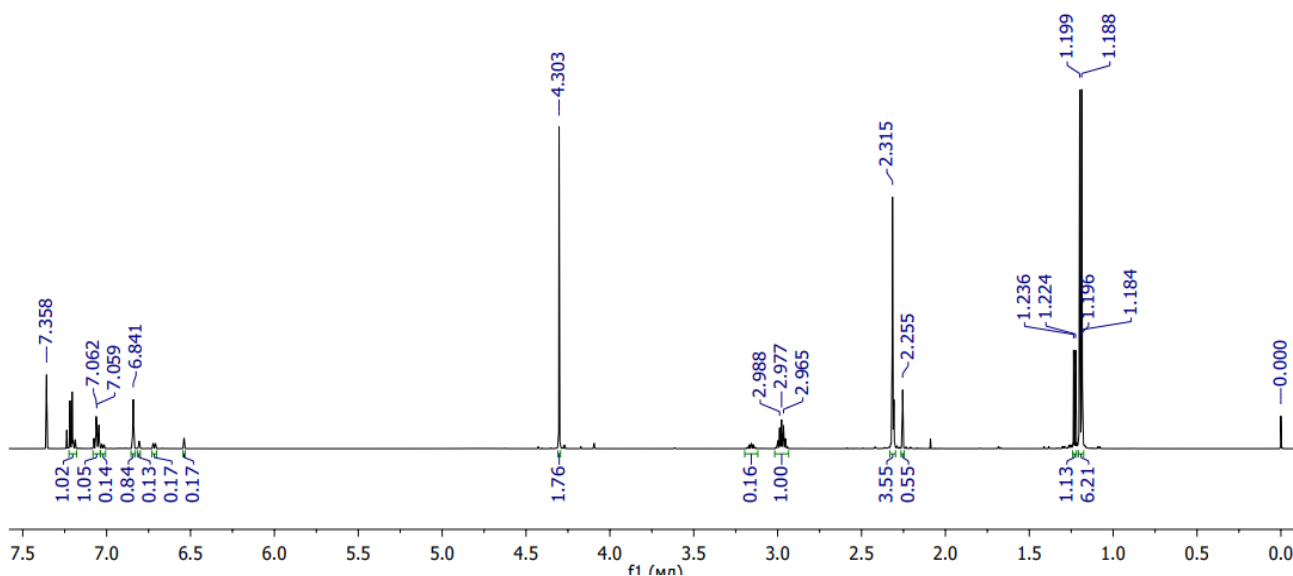
Тажриба қисми

Тажриба №1. Қайтарма совутгичга водород хлорид чиқиши учун мослашган найча ўрнатилган туби думалоқ колбада 11,32 г (0,05 г-мол) 2-изопропил-5-метилфенол, 50 мл абс. бензолда эритилди, устига 5,65 г (0,05 г-мол) хлорацетилхлорид солинди ва 18 соат қайнатилди. Реакция тугагани водород хлорид чиқиши тўхташи орқали аниқланди. Сўнгра аралашма 10 % ли ишқорли сувда ювилиб, бензолда экстракция қилинди, ва CaCl_2 да қуритилди. Бензол оддий шароитда, модда эса вакуумда 140-145⁰С /20 мм. сим. уст. да ҳайдалди. Ҳосил бўлган 2-изопропил-5-метилфенилхлорацетатнинг унуми 7 г (62%).

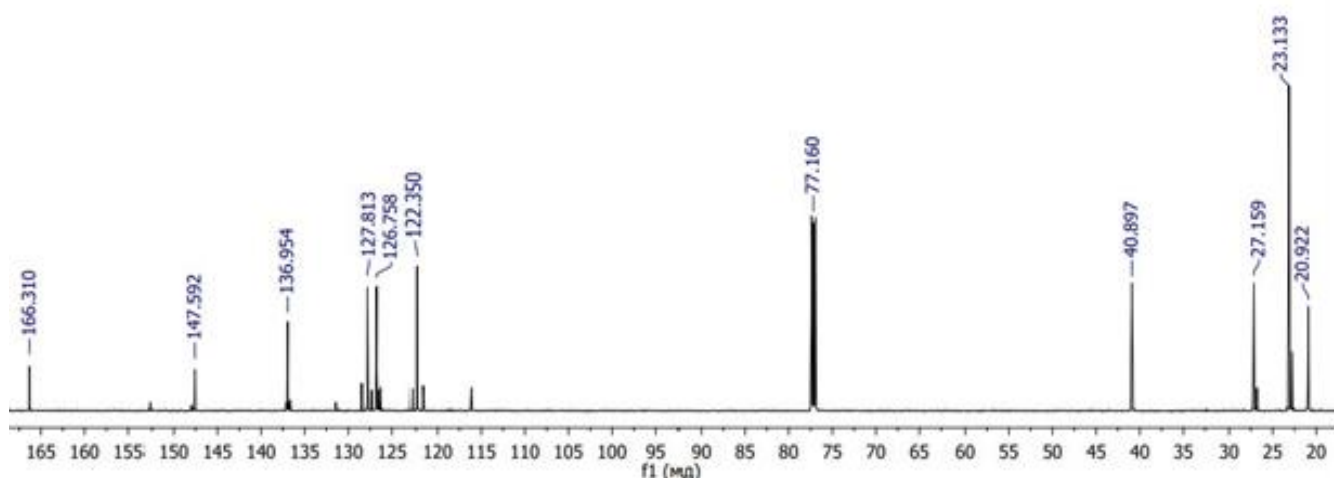
Тажриба №2. Қайтарма совутгичга водород хлорид чиқиши учун мослашган найча ўрнатилган туби думалоқ колбада 11,32 г (0,05 г-мол) 2-изопропил-5-метилфенол, 60 мл 1,4-бензодиоксанда эритилди, устига 5,65 г (0,05 г-мол) хлорацетилхлорид солинди ва 7 соат қайнатилди. Водород хлорид чиқиши тўхтагандан сўнг, аралашма 10 % ли ишқорли сувда ювилди. Бензолда экстракция қилинди ва CaCl_2 да қуритилди. Бензол оддий шароитда, модда эса вакуумда 140-145⁰С /20 мм. сим. уст. да ҳайдалди. Ҳосил бўлган 2-изопропил-5-метилфенилхлорацетатнинг унуми 8,26 г (7%).

Тажриба №3. Қайтарма совутгичга водород хлорид чиқиши учун мослашган найча ўрнатилган туби думалоқ колбада 11,32 г (0,05 г-мол) 2-изопропил-5-метилфенол, 60 мл 1,4-бензодиоксанда эритилди. Унинг устига оздан 1,15 г (0,05 г-атом) оксид пардасидан тозаланган натрий метали солинди. Натрий 2-изопропил-5-метилфенят, ҳосил бўлиши секинлашгач реакция аралашма 4 соат мобайнида 1,4-бензодиоксани қайнаш ҳароратида қиздирилди. Сўнгра аста секинлик билан устига 5,65 г (0,05 г-мол) хлорацетилхлорид солинди ва 3 соат давомида реакция олиб борилди. Реакция тугагандан сўнг, 1,4-бензодиоксан оддий шароитда ҳайдаб олинди ва аралашма 10 % ли ишқорли сувда ювилди. Маҳсулот бензолда экстракция қилинди ва CaCl_2 да қуритилди. Бензол оддий шароитда, 2-изопропил-5-метилфенилхлорацетат эса вакуумда 140-145⁰С /20 мм. сим. уст. да ҳайдалди. Модда унуми 9,7 г (86%).

Олинган реакциялар бўйича спектр таҳлили

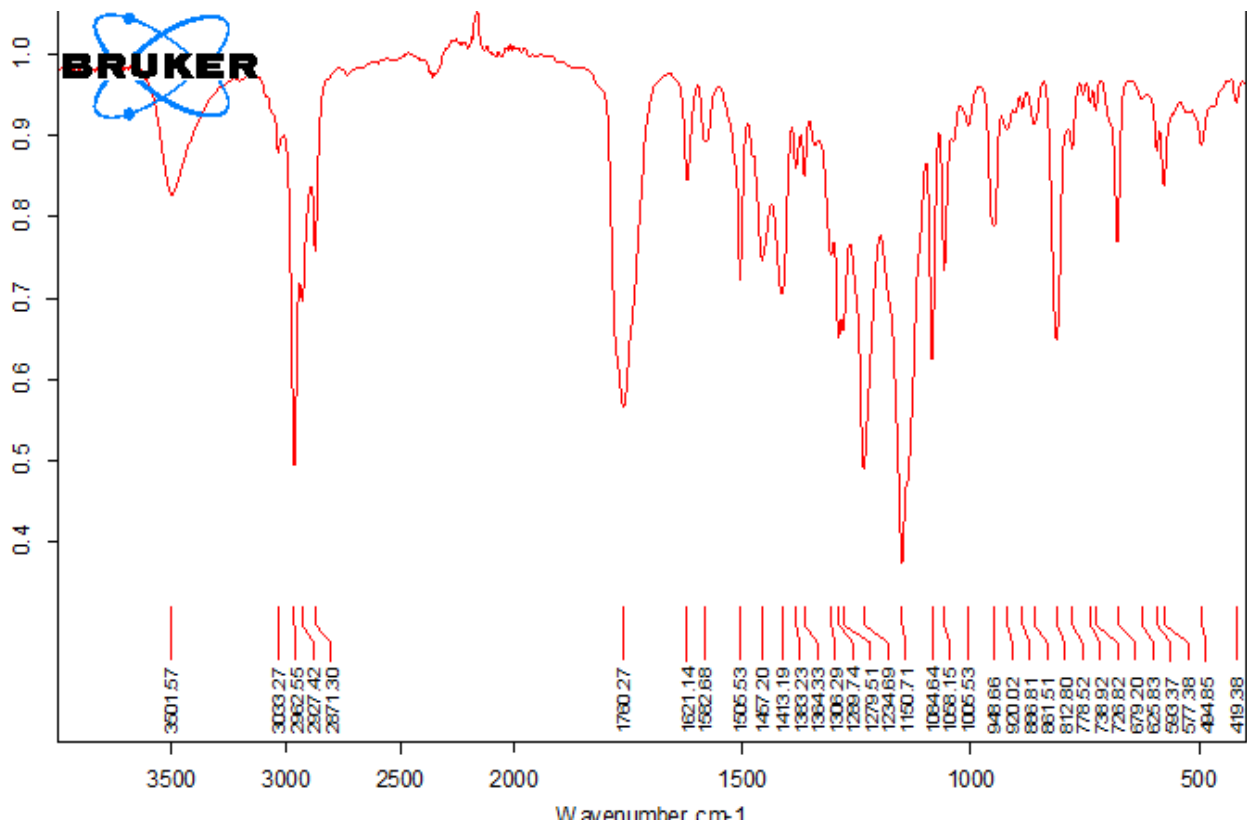


2-Изопропил-5-метилфенилхлорацетатнинг H^1 буйича ЯМР тахлилида sp^3 гибридланган ва бензол халкасига боғланган метил гурухидаги водороднинг $Ar-CH_3$ боги учун 2.977 ppm (m.u) да синглет сигнал кузатилган. sp^3 гибридланган ва учламчи углерод R_3-CN гурухидаги водород 1.184-1.236 ppm(m.u) лар оралигида кватрет сигнал кайд этганлигини кузатишимиз мумкин. Ароматик халкадаги углеродга боғланган $Ar-H$ водороднинг сигналлари 7.168 ppm ва 7.062 ppm(m.u) ларда дублет, 7.358 ppm(m.u) да синглет сигналлар кузатилган. Ён занжирда оддий эфир боги ва ацил гурухи тутган углероднинг водороди $R-O-CN-COCl$ 4.303 ppm(m.u) сохада синглет сигнал намоён килган.



2-Изопропил-5-метилфенилхлорацетатнинг C^{13} буйича ЯМР тахлилида sp^3 гибридланган $-CH_3$ гурухидаги углероднинг тебраниши туфайли 20.9, 23.1 ва 27.1 ppm (m.u) сохаларида сигналлар намоён килганлигини куриш мумкин.

sp^3 гибридланган ва учламчи углероднинг тебраниши хисобига $R_3\text{-CH}$ 40.897 ppm(m.u) да сигнал кузатилган. Ароматик халкадаги Ar-C богидаги углероднинг тебраниши хисобига 122.3, 126.7, 127.8, 136.9, 147.5 ва 166.3 ppm(m.u) ларда мултиплет сигналларни кузатиш мумкин. Ацил гурухидаги хлор атоми билан бог хосил килган углерод COCl боги углерод 77.160 ppm(m.u) да сигнал кузатилганини куришимиз мумкин.



2-Изопропил-5-метилфенилхлорацетатнинг IQ спектрлари Брукер фирмасининг 2021-йил ишлаб чиқарилган INVENIO-S Фурье спектрометрига олинди(4000-400 cm^{-1} , ATR). Олинган 2-изопропил-5-метилфенолнинг IQ спектрида 3033 cm^{-1} ароматик халкадаги sp^2 гибридланган C атомига боғланган Ar-H боғининг ютилиш чизиклари, 1760 cm^{-1} сохада C=O боғининг валент тебранишларидан хосил булган ютилиш чизикларини ва $2962\text{-}2871 \text{ cm}^{-1}$ соха оралигида sp^3 гибридланган C атомига боғланган C-H боғининг ютилиш чизиклари кузатилган. $-\text{CH}_3$ гурухининг валент тебраниши 1457 cm^{-1} соха ютилиш чизикларини намоён килди. 1,2 ва 1,5 cm^{-1} сохаларда $728\text{-}726$ ва $812\text{-}868 \text{ cm}^{-1}$ сохаларда ютилиш чизикларини намоён килди.

REFERENCES:

1. Cullinane N.M., Edwards F.R. Comparison of the Fries and Friedel-Crafts reactions //J.Appl. Chem. -1959. -Vol. 9. -P.133-136.
2. Fries K., Fink G. uber Homologe des cumarons und itheabkemmlinge // Ber. 1908. B. 41. S. 4271-4284.
3. Маматкулов Н.Н. Влияние соотношения реагентов и катализатора на выход реакции хлорацетилирования фенола и изомерных крезолов// UNIVERSUM: Технический науки.Научный журнал. Выпуск 4 (82). Апрель 2021.Москва. 77-80 -С.
4. Mamatkulov N.N. Development of the mechanism of action and reaction of O-chloracetylation// International Journal of advanced Research in Science, Engineering and Technology. India. Vol. 7. Issue 1, January 2020. Pp. 12636-12639.