

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

VŨ HỒNG LĨNH

**PHÂN TÍCH CẤU TRÚC CỦA MỘT SỐ SẢN PHẨM CỦA
PHẢN ỨNG NGỪNG TỤ PIPERAZINDIONE VỚI
ANDEHYDE BẰNG CÁC PHƯƠNG PHÁP PHỔ HIỆN ĐẠI**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN -2019

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC**

VŨ HỒNG LĨNH

**PHÂN TÍCH CẤU TRÚC CỦA MỘT SỐ SẢN PHẨM CỦA
PHẢN ỨNG NGỪNG TỤ PIPERAZINDIONE VỚI
ANDEHYDE BẰNG CÁC PHƯƠNG PHÁP PHỔ HIỆN ĐẠI**

Chuyên ngành: Hóa phân tích

Mã số: 8 44 01 18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

NGƯỜI HƯỚNG DẪN KHOA HỌC: PGS.TS. PHẠM THỂ CHÍNH

THÁI NGUYÊN -2019

LỜI CẢM ƠN

Với lòng biết ơn sâu sắc, em xin chân thành cảm ơn:

Lời đầu tiên, em xin chân thành cảm ơn PGS.TS. Phạm Thế Chính người thầy đã giao đề tài, tận tình chỉ bảo và truyền đam mê nghiên cứu cho em trong suốt quá trình hoàn thành luận văn, người thầy đã tận tình hướng dẫn để em hoàn thành luận văn này.

Em xin chân thành cảm ơn PGS.TS Phạm Thị Thắm và các bạn HVCH phòng Hóa hữu cơ khoa Hóa học trường Đại học Khoa học - ĐHTN đã giúp đỡ em rất nhiều trong suốt quá trình làm luận văn

Em xin chân thành cảm ơn sự hỗ trợ thực nghiệm và kinh phí từ đề tài nafosted mã số 104.01-2016.18.

Em xin chân thành cảm ơn Ban lãnh đạo khoa Hóa học trường Đại học Khoa học - Đại học Thái Nguyên, tập thể các thầy cô, anh chị và các bạn tại khoa Hóa học trường Đại học Khoa học - Đại học Thái Nguyên đã tạo điều kiện giúp đỡ em trong suốt quá trình hoàn thành luận văn.

Em xin chân thành cảm ơn Ban Giám hiệu cùng toàn thể cán bộ giáo viên Trường THPT Lương Tài - Bắc Ninh đã tạo điều kiện thuận lợi về thời gian và công việc để em hoàn thành luận văn.

Cuối cùng em xin bày tỏ sự cảm ơn đến gia đình, bạn bè đã luôn quan tâm, động viên giúp đỡ tôi.

Một lần nữa em xin chân thành cảm ơn.

Tác giả luận văn

Vũ Hồng Lĩnh

MỤC LỤC

DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT	a
DANH MỤC SƠ ĐỒ	b
DANH MỤC HÌNH	c
MỞ ĐẦU	1
Chương 1 TỔNG QUAN	2
1.1. Tổng quan về các phương pháp xác định cấu trúc.....	2
1.1.1. Phương pháp phổ hồng ngoại(IR)[1,4]	2
1.1.2. Phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR)[1,4].....	3
1.1.3. Phương pháp phổ khối lượng (MS) [1,4].....	7
1.2. Hợp chất PIPERAZINEDION	9
1.3. Mục tiêu của luận văn	11
Chương 2 THỰC NGHIỆM	12
2.1. Phương pháp nghiên cứu, nguyên liệu và thiết bị.....	12
2.1.1. Phương pháp nghiên cứu.....	12
2.1.2. Hóa chất và thiết bị	12
2.1.3. Định tính phản ứng và kiểm tra độ tinh khiết của các hợp chất bằng sắc kí lớp mỏng	13
2.1.4. Xác nhận cấu trúc	13
2.2. Chuẩn bị mẫu nghiên cứu	13
2.2.1. Chuẩn bị mẫu nghiên cứu 19 (BG06)	14
2.2.2. Chuẩn bị mẫu nghiên cứu 21	14
2.3. Phân tích cấu trúc của hợp chất 19.....	14
2.3.1. Tiến hành ghi nhận tín hiệu IR của chất 19	14
2.3.2. Tiến hành ghi nhận tín hiệu NMR của chất 19	15
Phân tích cấu trúc của 19 bằng phổ 2D (HSQC, HMBC)	15
2.4. Phân tích cấu trúc của hợp chất 21(PT25V2)	15
2.4.1. Tiến hành ghi nhận tín hiệu NMR của chất 21	15

2.4.2. Phân tích cấu trúc của 21 bằng phổ 2D (HSQC, HMBC).....	16
Chương 3 KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	17
3.1. Mục tiêu của đề tài	17
3.2. Phân tích cấu trúc của andehit 19 (BG06)	17
3.2.1. Phân tích cấu trúc andehit 19 bằng phương pháp phổ IR	17
3.2.2. Phân tích cấu trúc hợp chất 19 bằng phương pháp phổ NMR	18
3.2.3. Phân tích cấu trúc hợp chất 19 bằng phổ HMBC và HSQC.....	20
3.3. Phân tích cấu trúc hợp chất 21.	24
KẾT LUẬN	32
TÀI LIỆU THAM KHẢO	33
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT

DMF	Dimetyl formamit
MS	Phương pháp phổ khối lượng
NMR	phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân
EI	Phương pháp bắn phá bằng dòng electron
CI	Phương pháp ion hóa hóa học
FAB	Phương pháp bắn phá nguyên tử nhanh
SKLM	Sắc kí lớp mỏng
TMS	Chất chuẩn
THF	Tetrahydrofuran

DANH MỤC SƠ ĐỒ

Sơ đồ 3.1. Sơ đồ chuẩn bị mẫu andehit 19.....	17
Sơ đồ 3.2. Sơ đồ chuẩn bị mẫu 21.	24

DANH MỤC HÌNH

Hình 1.1. Phổ hồng ngoại của ethanol	3
Hình 1.2. Phổ NMR của 2,2-dimethylpropanol	5
Hình 1.3. Phổ EI-MS và cơ chế phân mảnh của benzamid	8
Hình 1.4. Một số hợp chất diketopiperazin	10
Hình 3.1. Phổ IR của hợp chất andehit 19.	18
Hình 3.2. Phổ ¹ H-NMR của hợp chất andehit 19.....	18
Hình 3.3. Phổ ¹ H-NMR giãn của hợp chất 19.....	19
Hình 3.4. Phổ ¹³ C-NMR của hợp chất 19.....	20
Hình 3.5. Phổ HSQC của hợp chất 19	21
Hình 3.6. Phổ HMBC của hợp chất 19	22
Hình 3.7. Phổ HMBC của hợp chất 19	22
Hình 3.8. Phổ ¹ H-NMR của hợp chất 21.....	25
Hình 3.9. Phổ ¹ H-NMR giãn của hợp chất 21 ở vùng 5-2 ppm	25
Hình 3.10. Phổ ¹ H-NMR giãn của hợp chất 21 ở vùng thơm.	26
Hình 3.11. Phổ ¹³ C-NMR của hợp chất 21	27
Hình 3.12. Phổ ¹³ C-NMR giãn của hợp chất 21	27
Hình 3.13. Phổ ¹³ C-NMR giãn của hợp chất 21	28
Hình 3.14. Phổ HSQC của hợp chất 21	29
Hình 3.15. Phổ HSQC của hợp chất 21	29
Hình 3.16. Phổ HMBC của hợp chất 21	30
Hình 3.17. Phổ HMBC của hợp chất 21	30
Hình 3.18. Phổ HMBC của hợp chất 21	31

MỞ ĐẦU

Phân tích cấu trúc các hợp chất hữu cơ là một trong số các nhiệm vụ quan trọng của Hóa học vì chỉ khi biết chính xác cấu trúc, chúng ta mới có câu trả lời chính xác cho việc định tính, định lượng và phân tích chúng trong các mẫu nghiên cứu thực cũng như trong đời sống và công nghệ. Để phân tích cấu trúc của các hợp chất hữu cơ có thể sử dụng các phương pháp phổ như phổ hồng ngoại, phổ tử ngoại khả kiến, phổ cộng hưởng từ hạt nhân, phổ khối lượng. Mỗi phương pháp cho phép xác định một số thông tin khác nhau của cấu trúc phân tử và hỗ trợ lẫn nhau trong việc xác định cấu trúc các hợp chất hữu cơ.

Piperazinedion là lớp cấu trúc phổ biến nhất được tìm thấy trong tự nhiên, có nhiều hoạt tính sinh học quý như: Tryprostatins A (1) và B (2) có hoạt tính ức chế khối u, Cyclotryprostatin A-D (3-6) có hoạt tính ức chế chu kỳ phát triển tế bào động vật có vú, Fumitremorgin C (7) là một chất ức chế BCRP/ABCG2 làm kháng trung gian trong hóa trị liệu để điều trị ung thư vú, phenylahistin (8) có hoạt tính ức chế trùng hợp tubulin chúng là những hợp chất tiềm năng để phát triển các loại thuốc chống ung thư. Do có hoạt tính sinh học lý thú nên các hợp chất diketopiperazin được nhiều nhà khoa học quan tâm nghiên cứu tổng hợp. Sản phẩm ngưng tụ của phản ứng piperazinedion với andehit có nhiều hoạt tính sinh học lý thú, đặc biệt là cấu trúc rất phức tạp với phân tử có nhiều nhân thơm, có nhiều trung tâm bất đối xứng nên việc phân tích cấu trúc của hợp chất này gặp rất nhiều khó khăn, vì vậy mà phải có sự kết hợp nhiều phương pháp phân tích cấu trúc. Do đó luận văn **“Phân tích cấu trúc của một số sản phẩm của phản ứng ngưng tụ piperazindione với andehyde bằng các phương pháp phổ hiện đại”** rất có ý nghĩa khoa học và thực tiễn.