

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

NGUYỄN QUANG THÀNH

**PHÂN TÍCH CẤU TRÚC MỘT SỐ DẪN XUẤT 5,7-
DI(TERT-BUTYL)-1,3-TROPOLON BẰNG CÁC
PHƯƠNG PHÁP PHỔ HIỆN ĐẠI**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Thái Nguyên-2018

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN QUANG THÀNH

**PHÂN TÍCH CẤU TRÚC MỘT SỐ DẪN XUẤT 5,7-
DI(TERT-BUTYL)-1,3-TROPOLON 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. Dương Nghĩa Bang*

Thái Nguyên-2018

LỜI CẢM ƠN

Trong quá trình nghiên cứu đề tài “**Phân tích cấu trúc một số dẫn xuất 5,7 – di(tert-butyl)-1,3-tropolon bằng các phương pháp phổ hiện đại**”, em đã nhận được sự giúp đỡ, chỉ bảo nhiệt tình của các thầy cô Khoa Hóa học – Trường Đại học Khoa Học – Đại học Thái Nguyên.

Em xin bày tỏ sự biết ơn đặc biệt đến PGS. TS Dương Nghĩa Bang – Trưởng phòng Hành chính - Tổ chức, Nguyên Trưởng Khoa Hóa học – Trường Đại học Khoa Học – Đại học Thái Nguyên, đã hướng dẫn em tận tình, chu đáo trong suốt quá trình làm luận văn, giúp em hoàn thành luận văn này.

Em xin chân thành cảm ơn:

- PGS.TS. Phạm Thế Chính – Trưởng Khoa Hóa học – Trường Đại học Khoa Học – Đại học Thái Nguyên, đã giúp em trong quá trình đo mẫu và xử lý kết quả.

- Các thầy, cô tại khoa Hóa học trường Đại học Khoa học - ĐHTN và các bạn trong lớp cao học K10 đã tạo điều kiện giúp đỡ em trong suốt quá trình hoàn thành luận văn.

- Gia đình, bạn bè và đồng nghiệp đã động viên, cổ vũ, khích lệ tinh thần trong suốt thời gian qua.

Mặc dù đã có nhiều cố gắng trong quá trình thực hiện đề tài, song không thể tránh những hạn chế và thiếu sót. Em rất mong nhận được những ý kiến đóng góp của các thầy cô giáo và bạn bè đồng nghiệp.

Tác giả luận văn

Nguyễn Quang Thành

MỤC LỤC

	Trang
LỜI CẢM ƠN.....	i
MỤC LỤC	ii
DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT	iv
DANH MỤC CÁC SƠ ĐỒ.....	v
DANH MỤC CÁC HÌNH	vi
MỞ ĐẦU	1
CHƯƠNG I: TỔNG QUAN.....	3
1.1. Tổng quan về các phương pháp xác định cấu trúc	3
1.1.1. Phương pháp phổ tử ngoại – khả kiến (UV-VIS).....	3
1.1.1.1. Cơ sở lý thuyết.....	3
1.1.1.2. Ứng dụng của phương pháp phổ tử ngoại khả kiến	6
1.1.2 Phương pháp phổ hồng ngoại (IR)	7
1.1.2.1 Cơ sở lý thuyết.....	7
1.1.2.2. Các ảnh hưởng làm dịch chuyển tần số đặc trưng.....	7
1.1.2.3. Tần số đặc trưng của các nhóm chức hữu cơ	8
1.1.2.4. Ứng dụng phổ hồng ngoại trong phân tích hữu cơ.....	10
1.1.3. Phương pháp cộng hưởng từ hạt nhân.....	10
1.1.3.1. Cơ sở lý thuyết.....	11
1.1.3.2. Ứng dụng phổ cộng hưởng từ hạt nhân.....	15
1.1.4. Phương pháp phổ khối lượng (MS).....	16
1.1.4.1. Cơ sở lý thuyết.....	17
1.1.3.2. Ứng dụng phổ khối.....	17
1.2. Tổng quan về Tropolon	18
1.2.1. Vài nét về cấu tạo của tropolon	18
1.2.2. Một số ứng dụng của dẫn xuất tropolon.....	20

1.2.3. Phương pháp tổng hợp α -tropolon.....	21
1.2.4. Phương pháp tổng hợp β -tropolon.....	23
CHƯƠNG 2: THỰC NGHIỆM.....	25
2.1. Sơ đồ chuẩn bị mẫu	25
2.2. Dụng cụ, hóa chất và phương pháp thực hiện	25
2.3. Chuẩn bị mẫu và kết quả phân tích các mẫu quinolin.....	26
2.3.1. Tổng hợp 2,7,8-trimetyl quinolin-4(1H)-on.....	26
2.3.2. Chuẩn bị mẫu và kết quả phân tích 4-clo-2,7,8-trimetyl quinolin	26
2.3.3. Chuẩn bị mẫu và kết quả phân tích 5-nitro-4-clo-2,7,8-trimetyl quinolin	27
2.4. Chuẩn bị và phân tích các mẫu tropolon	28
2.4.1. Chuẩn bị và phân tích mẫu 2-(4-clo-7,8-dimetyl-quinolin-2-yl)-5,7-di(tert-butyl)-1,3-tropolon	28
2.4.2. Chuẩn bị và phân tích mẫu 2-(5-nitro-4-clo-7,8-dimetylquinolin-2-yl)-5,7-di(tert-butyl) -1,3-tropolon	29
CHƯƠNG 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	32
3.1. Kết quả tổng hợp và phân tích các quinolin	32
3.1.1. Kết quả tổng hợp và phân tích xác định cấu trúc của 4-clo-2,7,8-trimetyl quinolin.	32
3.1.2. Kết quả tổng hợp và phân tích xác định cấu trúc của 5-nitro-4-clo-2,7,8-trimetyl quinolin.	33
3.2. Kết quả tổng hợp và phân tích xác định cấu trúc các tropolon	34
3.2.1. Kết quả chuẩn bị mẫu và phân tích cấu trúc của 2-(4-clo-7,8-dimetyl-quinolin-2-yl)-5,7-di(tert-butyl)-1,3-tropolon.	34
3.2.2. Kết quả phân tích cấu trúc của 2-(5-nitro-4-clo-7,8-dimetyl quinolin-2-yl)-5,7-di(tert-butyl) -1,3-tropolon	36
KẾT LUẬN.....	41
TÀI LIỆU THAM KHẢO	42
PHỤ LỤC	45

DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT

Me	Metyl
Py	Pyridine
PPA	Axit poliphosphoric
<i>t</i>-Bu	<i>ter</i> -Butanol
MeOH	Metanol
<i>Ome</i>	Metoxi
UV	Ultraviolet
IR	Infrared
MS	Mass Spectrometry
NMR	Nuclear magnetic resonance

DANH MỤC CÁC SƠ ĐỒ

	Trang
<i>Sơ đồ 1.1.</i> Bước chuyển năng lượng của các electron.	4
<i>Sơ đồ 1.2.</i> Cấu trúc liên kết hóa trị của tropolon	19
<i>Sơ đồ 1.3.</i> Sự cộng hưởng của tropolon	19
<i>Sơ đồ 1.4.</i> Liên kết hydro của tropolon	20
<i>Sơ đồ 1.5.</i> Điều chế 1,2-tropolon	22
<i>Sơ đồ 1.6.</i> Điều chế 7-axetyl-3,4,5-triclo-1,2-tropolon	22
<i>Sơ đồ 1.7.</i> Cơ chế hình thành 1,3-tropolon	23
<i>Sơ đồ 1.8.</i> Tổng hợp 4-nitrit-1,2-tropolon	23
<i>Sơ đồ 1.9.</i> Tổng hợp 1,3-tropolon	24
<i>Sơ đồ 2.1.</i> Tổng hợp chung	25
<i>Sơ đồ 2.2.</i> Tổng hợp 2,7,8-trimetyl quinolin-4(1H)-on	26
<i>Sơ đồ 2.3.</i> Tổng hợp 4-clo-2,7,8-trimetyl quinolin	27
<i>Sơ đồ 2.4.</i> Tổng hợp 5-nitro-4-clo-2,7,8-trimetyl quinolin	27
<i>Sơ đồ 2.5.</i> Tổng hợp 2-(4-clo-7,8-dimetyl-quinolin-2-yl)-5,7-đi(tert-butyl)-1,3-tropolon	28
<i>Sơ đồ 2.6.</i> Tổng hợp 2-(5-nitro-4-clo-7,8-dimetylquinolin-2-yl)-5,7-đi(tert-butyl)-1,3-tropolon	29

DANH MỤC CÁC HÌNH

	Trang
<i>Hình 1.1.</i> Dẫn xuất của tropon	18
<i>Hình 1.2.</i> Các hợp chất có chứa hệ tropon và tropolon đã biết	21
<i>Hình 1.3.</i> Dẫn xuất piperazin của β -Thujaolicin	21
<i>Hình 3.1.</i> Sự phân bố mật độ electron trên vòng benzen	33
<i>Hình 3.2.</i> Cấu trúc của 2-(4-clo-7,8-dimetyl-quinolin-2-yl)-5,7-di(tert-butyl)-1,3-tropolon.	35
<i>Hình 3.3.</i> Phổ $^1\text{H-NMR}$ của mẫu Thanh 2	35
<i>Hình 3.4.</i> Cấu trúc của 2-(5-nitro-4-clo-7,8-metyl quinolin-2-yl)-5,7-di(tert-butyl) -1,3-tropolon	36
<i>Hình 3.5.</i> Phổ $^1\text{H-NMR}$ của mẫu Thanh 1	36
<i>Hình 3.6.</i> Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của mẫu Thanh 1	37
<i>Hình 3.7.</i> Phổ -MS của mẫu Thanh 1	38
<i>Hình 3.8.</i> Phổ +MS của mẫu Thanh 1	39
<i>Hình 3.9.</i> Phổ IR của mẫu Thanh 1	39

MỞ ĐẦU

Cho tới nay con người đã biết và công bố hàng triệu hợp chất hữu cơ, mỗi năm có hàng ngàn hợp chất mới được xác định. Trong đó bằng con đường tổng hợp trong phòng thí nghiệm tìm ra khoảng 90% hợp chất hữu cơ, phần còn lại phân lập từ các nguồn trong tự nhiên.

Đến nửa sau thế kỷ XX, để xác định cấu trúc của các hợp chất hữu cơ đã tổng hợp hoặc phân lập được người ta dựa vào các phản ứng hóa học. Phương pháp cổ điển này mất rất nhiều thời gian và cần hàm lượng mẫu chất lớn mới có thể thực hiện được. Với sự phát triển của khoa học kỹ thuật, đặc biệt với sự phát triển của công nghệ tin học, đã xuất hiện các máy quang phổ có khả năng tự động hóa cao, phương pháp quang phổ (spectroscopy) trở thành công cụ hữu hiệu để nghiên cứu cấu trúc phân tử các chất, đặc biệt nghiên cứu các hợp chất hữu cơ đã giải quyết các trở ngại trên.

Các phương pháp phổ thường sử dụng nhiều trong việc xác định cấu trúc của các hợp chất hữu cơ bao gồm: phổ hồng ngoại (Infrared spectroscopy, IR); phổ tử ngoại – khả kiến (UltraViolet Visible spectroscopy, UV-VIS), phổ khối lượng hay khối phổ (Mass Spectroscopy, MS) và phổ cộng hưởng từ hạt nhân (Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy, NMR).

Mỗi loại phổ trên đây có đặc trưng riêng và cung cấp thông tin khác nhau về hợp chất hữu cơ cần khảo sát cấu trúc. Phổ hồng ngoại cho thông tin về các loại nhóm chức khác nhau hiện diện trong phân tử như $-OH$; $-COOH$; $-COOR$; $-CN$... nhưng không cho thông tin về vị trí của các nhóm chức này. Phổ tử ngoại – khả kiến ghi nhận các cấu trúc có chứa hệ liên hợp. Phổ khối lượng cho thông tin về khối lượng phân tử của hợp chất, ứng với mỗi công thức phân tử có thể có nhiều công thức cấu tạo khác nhau mà chỉ dựa vào khối phổ khó có thể phân biệt các đồng phân này. Phổ cộng hưởng từ hạt nhân là kỹ thuật rất hữu dụng để phân tích và xác định cấu trúc hợp chất hữu cơ. Kỹ thuật này dựa vào hiện tượng cộng hưởng từ của các hạt nhân có số proton lẻ như 1H , ^{13}C . Phổ cộng hưởng từ hạt nhân cho thông tin về số lượng, chủng loại cũng như sự tương tác giữa các hạt nhân có trong phân tử.