

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

NGUYỄN TUẤN ANH

NGHIÊN CỨU PHỨC CHẤT
CỦA MỘT SỐ KIM LOẠI CHUYỂN TIẾP VỚI
THIOSEMICACBAZON 2 - AXETYLTHIOPHEN

CHUYÊN NGÀNH: Hóa vô cơ

MÃ SỐ: 60.44.0113

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: PGS. TS. Trịnh Ngọc Châu

Thái Nguyên - 2013

LỜI CẢM ƠN

Các thí nghiệm trong luận văn được hoàn thành tại phòng thí nghiệm Hóa học khoa hoá học thuộc Trường Đại học khoa học tự nhiên -Đại học Quốc gia Hà Nội

Để hoàn thành luận văn này

Tôi xin tỏ lòng biết ơn sâu sắc nhất đến PGS.TS. TRỊNH NGỌC CHÂU người đã tận tâm, nhiệt tình hướng dẫn tôi trong suốt quá trình thực hiện luận văn.

Tôi xin chân thành cảm ơn Thầy PGS.TS Lê Hữu Thiềng cùng Ban chủ nhiệm khoa Sau đại học, khoa Hoá học cùng các thầy cô giáo, các cán bộ phòng thí nghiệm khoa Hoá-Trường đại học khoa học tự nhiên, đã giúp đỡ và tạo mọi điều kiện thuận lợi, cung cấp hoá chất, thiết bị và dụng cụ dùng cho đề tài.

Xin chân thành cảm ơn các thầy, cô giáo, NCS. Nguyễn Thị Bích Hường và các cán bộ phòng thí nghiệm phức chất và Hóa Sinh vô cơ - Khoa Hóa Trường ĐHKH Tự Nhiên, ĐH Quốc gia Hà Nội đã giúp đỡ, tạo điều kiện cho em trong suốt quá trình thực nghiệm

Xin cảm ơn tất cả những người thân trong gia đình, bạn bè, các đồng nghiệp đã động viên, giúp đỡ, tạo mọi điều kiện cho tôi thực hiện và hoàn thành luận văn.

Thái Nguyên, tháng 04 năm 2013

NGUYỄN TUẤN ANH

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan đây là công trình nghiên cứu của riêng tôi. Các số liệu, kết quả nêu trong luận văn là trung thực. Những kết luận của luận văn chưa từng được ai công bố trong bất kỳ công trình nào khác.

Thái nguyên, tháng 05 năm 2013

XÁC NHẬN CỦA TRƯỞNG KHOA HOÁ HỌC TÁC GIẢ LUẬN VĂN

TS: NGUYỄN THỊ HIỀN LAN

NGUYỄN TUẤN ANH

XÁC NHẬN CỦA CHỦ TỊCH HỘI ĐỒNG

TS: NGUYỄN THỊ HIỀN LAN

MỤC LỤC

	Trang
Trang bìa phụ	
Lời cảm ơn	i
Lời cam đoan.....	ii
Mục lục.....	i
Danh mục bảng.....	ii
Danh mục hình	iii
Danh mục từ viết tắt	iv
MỞ ĐẦU	1
Chương 1: TỔNG QUAN	3
1.1. Thiosemicacbazit và dẫn xuất của nó	3
1.1.1. Thiosemicacbazit và thiosemicacbazon	3
1.1.2. Phức chất của kim loại chuyển tiếp với các thiosemicacbazit và thiosemicacbazon.....	4
1.2. Một số ứng dụng của thiosemicacbazon và phức chất của chúng.....	7
1.3. Giới thiệu về đồng và coban (II).....	10
1.4. Các phương pháp nghiên cứu phức chất	13
1.4.1. Phương pháp phổ hấp thụ hồng ngoại	13
1.4.2. Phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân ^1H và ^{13}C	15
1.4.3. Phương pháp phổ khối lượng	16
2.1. Hóa chất, dụng cụ	19
2.2. Phương pháp nghiên cứu và kỹ thuật thực nghiệm	19
2.2.1. Phương pháp nghiên cứu	19
2.2.2. Kỹ thuật thực nghiệm	20
2.3. Tổng hợp phối tử và phức chất.....	24
2.3.2. Tổng hợp phức chất	26

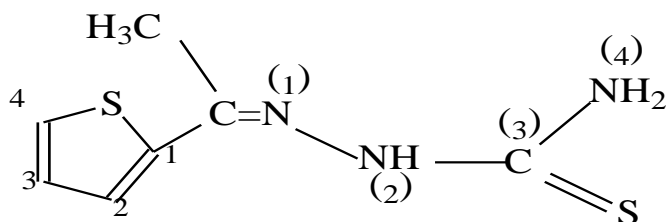
Chương 3: KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	28
3.1. Nghiên cứu cấu tạo của các phối tử Hthact và Hpthact bằng phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân ^1H và ^{13}C	28
3.2. Kết quả phân tích hàm lượng kim loại của các phức chất.....	39
3.3. Phổ khối lượng của $\text{Cu}(\text{thact})_2$, $\text{Co}(\text{thact})_2$ và $\text{Cu}(\text{pthact})_2$, $\text{Co}(\text{pthact})_2$..	39
3.4. Kết quả nghiên cứu phổ hấp thụ hồng ngoại của phối tử Hthact, Hpthact và phức chất tương ứng.....	43
3.5. Kết quả nghiên cứu phổ hấp thụ electron của các phối tử Hthact, Hpthact và phức chất tương ứng với $\text{Cu}(\text{II})$, $\text{Co}(\text{II})$	49
3.6. Kết quả thử hoạt tính sinh học của phối tử và phức chất	52
KẾT LUẬN	54
TÀI LIỆU THAM KHẢO	55

DANH MỤC BẢNG

Bảng 1.1. Các dải hấp thụ chính trong phổ hấp thụ hồng ngoại của [1] thiosemicacbazit	15
Bảng 2.1. Các thiosemicacbazon	26
Bảng 2.2. Các phức chất, màu sắc và dung môi hòa tan.....	27
Bảng 3.1. Các tín hiệu trong phổ $^1\text{H-NMR}$ của thiosemicacbazit	28
Bảng 3.2. Các tín hiệu trong phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của thiosemicacbazit	29
Bảng 3.3. Các tín hiệu trong phổ $^1\text{H-NMR}$ của N(4)-phenyl thiosemicacbazit ..	29
Bảng 3.4. Các tín hiệu trong phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của N(4)-phenyl thiosemicacbazit .	29
Bảng 3.5. Các tín hiệu trong phổ $^1\text{H-NMR}$ của 2-axetyl thiophen.....	30
Bảng 3.6. Các tín hiệu trong phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của 2-axetyl thiophen	30
Bảng 3.7. Các tín hiệu trong phổ cộng hưởng từ hạt nhân ^1H và ^{13}C của phối tử Hthact	38
Bảng 3.8. Kết quả phân tích hàm lượng kim loại trong các phức chất.....	39
Bảng 3.9 Cường độ tương đối của các pic đồng vị trong cụm pic ion phân tử của phức chất $\text{Cu}(\text{thact})_2$	41
Bảng 3.10. Cường độ tương đối của các pic đồng vị trong cụm pic ion phân tử của phức chất $\text{Co}(\text{thact})_2$	42
Bảng 3.11 Cường độ tương đối của các pic đồng vị trong cụm pic ion phân tử của phức chất $\text{Co}(\text{thact})_2$	42
Bảng 3.12 Cường độ tương đối của các pic đồng vị trong cụm pic ion phân tử của phức chất $\text{Co}(\text{thact})_2$	43
Bảng 3.13. Một số dải hấp thụ đặc trưng trong phổ hấp thụ hồng ngoại của phối tử Hthact, Hpthact và các phức chất tương ứng.....	47
Bảng 3.14: Các cực đại hấp thụ trên phổ UV – Vis của các phối tử và các phức chất	51
Bảng 3.15. Kết quả thử hoạt tính kháng vi sinh vật kiểm định	53

DANH MỤC HÌNH

Hình 3.1. Phổ ^1H -NMR của thiosemicacbazit	28
Hình 3.2. Phổ ^{13}C -NMR của thiosemicacbazit	29
Hình 3.3. Phổ ^1H -NMR của N(4)-phenyl thiosemicacbazit	29
Hình 3.4. Phổ ^1H -NMR của N(4)- <i>phenyl thiosemicacbazit</i>	29
Hình 3.5. Phổ ^1H -NMR của 2-axetyl thiophen	30
Hình 3.6. Phổ ^{13}C -NMR của 2-axetyl thiophen	30
Hình 3.7. Phổ cộng hưởng từ proton của phối tử Hthact	31
Hình 3.8. Phổ cộng hưởng từ hạt nhân ^{13}C của phối tử Hthact	31
Hình 3.9. Phổ cộng hưởng từ proton của phối tử Hpthact	32
Hình 3.10. Phổ cộng hưởng từ hạt nhân ^{13}C của phối tử Hpthact	32
Hình 3.11. Phổ cộng hưởng từ hạt nhân ^1H và ^{13}C của Hthact theo thực nghiệm (a, c) và mô phỏng (b, d)	35
Hình 3.12. Phổ cộng hưởng từ hạt nhân ^1H và ^{13}C của Hthact theo thực nghiệm (a, c) và mô phỏng (b, d)	36
Hình 3.13. Phổ khối lượng của phức chất $\text{Cu}(\text{thact})_2$	39
Hình 3.14. Phổ khối lượng của phức chất $\text{Co}(\text{thact})_2$	40
Hình 3.15. Phổ khối lượng của phức chất $\text{Cu}(\text{pthact})_2$	40
Hình 3.16. Phổ khối lượng của phức chất $\text{Co}(\text{pthact})_2$	40
Hình 3.17. Phổ hấp thụ hồng ngoại của Hthact	44
Hình 3.18. Phổ hấp thụ hồng ngoại của $\text{Cu}(\text{thact})_2$	44
Hình 3.19. Phổ hấp thụ hồng ngoại của $\text{Co}(\text{thact})_2$	45
Hình 3.20. Phổ hấp thụ hồng ngoại của Hpthact	45
Hình 3.21. Phổ hấp thụ hồng ngoại của $\text{Cu}(\text{pthact})_2$	46
Hình 3.22. Phổ hấp thụ hồng ngoại của $\text{Co}(\text{pthact})_2$	46
Hình 3.23. Phổ UV- Vis của phối tử Hthact và phức chất tương ứng với $\text{Cu}(\text{II})$, $\text{Co}(\text{II})$	50
Hình 3.24. Phổ UV- Vis của phối tử Hpthact và phức chất tương ứng với $\text{Cu}(\text{II})$, $\text{Co}(\text{II})$	50

DANH MỤC TỪ VIẾT TẮT

Thiosemicabazon 2 –axetyl thiophen (Hthact)

N(4)- phenyl thiosemicabazon 2- axetyl thiophen (Hpthact)

MỞ ĐẦU

Phức chất đã và đang là đối tượng nghiên cứu của nhiều nhà khoa học bởi những ứng dụng to lớn của chúng trong nhiều lĩnh vực, đặc biệt là đối với y học và dược học. Trong số đó, phức chất của các kim loại chuyển tiếp với các phối tử hữu cơ nhiều chức, nhiều càng, có khả năng tạo hệ vòng lớn gần giống với cấu trúc của các hợp chất trong cơ thể sống được quan tâm hơn cả. Một trong số các phối tử kiểu này là thiosemicabazon và các dẫn xuất của nó. Các đề tài nghiên cứu trong lĩnh vực này rất phong phú vì thiosemicabazon rất đa dạng về thành phần, cấu trúc và kiểu phản ứng. Ngày nay, hàng năm có hàng trăm công trình nghiên cứu hoạt tính sinh học, kể cả hoạt tính chống ung thư của các thiosemicabazon và phức chất của chúng được đăng trên các tạp chí Hóa học, Dược học và Y- sinh học v.v...

Các nghiên cứu hiện nay tập trung chủ yếu vào việc tổng hợp mới các thiosemicabazon và phức chất của chúng với các kim loại khác nhau, nghiên cứu cấu tạo và khảo sát hoạt tính sinh học của chúng.

Mục tiêu của việc khảo sát hoạt tính sinh học là tìm kiếm các hợp chất có hoạt tính cao, đồng thời đáp ứng tốt nhất các yêu cầu sinh - y học khác như không độc, không gây hiệu ứng phụ... để dùng làm thuốc chữa bệnh cho người và vật nuôi.

Xuất phát từ những lí do trên, chúng tôi chọn đề tài. **" Nghiên cứu phức chất của một số kim loại chuyển tiếp với thiosemicabazon 2 – axetylthiophen "**

Nội dung chính của luận văn là :

- Tổng hợp hai phối tử thiosemicabazon 2 - axetyl thiophen và dẫn xuất thế N(4)- phenyl thiosemicabazon 2 - axetyl thiophen.
- Tổng hợp 4 phức chất của hai phối tử trên với Cu(II) và Co(II).

- Nghiên cứu cấu tạo của các phức chất bằng các phương pháp vật lý và hóa lý khác nhau
- Thăm dò hoạt tính kháng khuẩn và kháng nấm của một số chất đại diện.

Chúng tôi hi vọng rằng các kết quả nghiên cứu của luận văn sẽ đóng góp một phần nhỏ dữ liệu cho lĩnh vực nghiên cứu phức chất của thiosemicacbazon và hoạt tính sinh học của chúng.