

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

HÀ THỊ THÁI LINH

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, HÀM LƯỢNG CỦA
MỘT SỐ DẪN XUẤT 2-(4,6-DICLO-8-METYLQUINOLIN-
2-YL)-4,5,6,7 -TETRACLO -1,3 TROPOLON BẰNG
MỘT SỐ PHƯƠNG PHÁP HÓA LÝ HIỆN ĐẠI

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2016

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

HÀ THỊ THÁI LINH

**PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, HÀM LƯỢNG CỦA
MỘT SỐ DẪN XUẤT 2-(4,6-DICLO-8-METYLQUINOLIN-
2-YL)-4,5,6,7 -TETRACLO -1,3 TROPOLON BẰNG
MỘT SỐ PHƯƠNG PHÁP HÓA LÝ HIỆN ĐẠI**

Chuyên ngành: Hóa phân tích

Mã số: 60 44 01 18

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

Người hướng dẫn khoa học: PGS. TS. DƯƠNG NGHĨA BANG

THÁI NGUYÊN - 2016

LỜI CẢM ƠN

Trước hết, em xin bày tỏ lòng cảm ơn sâu sắc tới thầy giáo **PGS.TS. Dương Nghĩa Bang** - Trưởng Khoa Hóa - Trường ĐHKH - Thái Nguyên, người trực tiếp hướng dẫn, tận tình giúp đỡ và tạo mọi điều kiện để em hoàn thành luận văn.

Em xin chân thành cảm ơn các thầy giáo, cô giáo Khoa Hóa học, các thầy cô Khoa sau Đại học, các thầy cô trong Ban Giám hiệu trường Đại học Khoa Học - Đại học Thái Nguyên đã giảng dạy và giúp đỡ em trong quá trình học tập, nghiên cứu.

Cuối cùng em xin gửi lời cảm ơn tới toàn thể gia đình, bạn bè đã luôn bên cạnh, ủng hộ và động viên em trong những lúc gặp phải khó khăn để em có thể hoàn thành quá trình học tập và nghiên cứu.

Mặc dù đã có nhiều cố gắng, song do thời gian có hạn, khả năng nghiên cứu của bản thân còn hạn chế, nên kết quả nghiên cứu có thể còn nhiều thiếu sót. Em rất mong nhận được sự góp ý, chỉ bảo của các thầy giáo, cô giáo, các bạn đồng nghiệp và những người đang quan tâm đến vấn đề đã trình bày trong luận văn, để luận văn được hoàn thiện hơn.

Em xin trân trọng cảm ơn!

Tác giả luận văn

HÀ THỊ THÁI LINH

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN	a
MỤC LỤC	b
DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT	d
DANH MỤC CÁC BẢNG, SƠ ĐỒ.....	e
DANH MỤC CÁC HÌNH.....	f
MỞ ĐẦU	1
Chương 1. TỔNG QUAN	3
1.1. Tổng quan về các phương pháp xác định cấu trúc.....	3
1.1.1. Phương pháp phổ tử ngoại	3
1.1.2. Phương pháp phổ hồng ngoại	5
1.1.3. Phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân	6
1.1.4. Phương pháp phổ khối lượng.....	10
1.2. Tổng quan về quinolin và tropolon	12
1.2.1. Quinolin.....	12
1.2.2. Tropolon	16
Chương 2. THỰC NGHIỆM	20
2.1. Dụng cụ, hóa chất và phương pháp thực hiện.....	20
2.2. Tổng hợp và kết quả phân tích các mẫu quinolin	20
2.2.1. Tổng hợp 6- clo - 2,8 - dimetyl quinolin- 4 - on.....	20
2.2.2. Tổng hợp 4,6 - diclo - 2,8 dimetylquinolin.....	21
2.2.3. Tổng hợp và kết quả phân tích 4,6 - điclo - 2,8 - đimetyl - 5-nitro quinolin.....	22
2.3. Tổng hợp và kết quả phân tích các mẫu tropolon	23
2.3.1. Tổng hợp và phân tích cấu trúc của 2-(4,6-điclo-8- methyl quinolin -2- yl)- 4,5,6,7- tetraclô -1,3-troplon.....	23
2.3.2. Tổng hợp và phân tích cấu trúc của 2- (4,6 - điclo - 5 nitro- 8 - metyl quinolin -2 yl) - 4,5,6,7 - tetraclô -1,3 troplon.....	24

2.4. Phân tích hàm lượng chất thu được bằng phương pháp LC-MS	25
2.4.1. Hóa chất, thiết bị	25
2.4.2. Thiết lập các thông số cho hệ thống LC/MS.....	25
2.4.3. Chuẩn bị mẫu	26
2.4.4. Kết quả phân tích	26
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	27
3.1. Tổng hợp và phân tích cấu trúc mẫu quinolin	27
3.1.1. Tổng hợp và phân tích cấu trúc mẫu 4,6-điclo- 2,8-đimetylquinolin ...	27
3.1.2. Tổng hợp và phân tích cấu trúc 5-nitro-4,6 điclo - 2,8-dimetylquinolin.....	28
3.2. Kết quả tổng hợp và phân tích cấu trúc mẫu 4,5,6,7-tetraclor-1,3-tropolon.....	29
3.2.1. Kết quả phân tích cấu trúc của 2-(4,6-điclo-8-metylquinolin-2-yl)- 4,5,6,7- tetraclor-1,3-tropolon	31
3.2.2. Kết quả phân tích cấu trúc của 2-(5-nitro-4,6-điclo-8-metylquinolin-2-yl)- 4,5,6,7- tetraclor-1,3-tropolon.	33
3.3. Kết quả phân tích hàm lượng	35
KẾT LUẬN	37
TÀI LIỆU THAM KHẢO	38
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT

Me	Metyl
Py	Pyridine
PPA	Axit poliphosphoric
<i>t</i>-BuOH	<i>ter</i> -Butanol
MeOH	Metanol
<i>Ome</i>	Metoxi
UV	Ultraviolet
MS	Mass Spectrometry
NMR	Nuclear magnetic resonance
HPLC	High-performance liquid chromatography

DANH MỤC CÁC BẢNG, SƠ ĐỒ

Bảng

Bảng 1.1. Tỷ lệ cường độ tín hiệu.....	7
--	---

Sơ đồ

Sơ đồ 2.1:.....	20
Sơ đồ 2.2:.....	21
Sơ đồ 2.3:.....	22
Sơ đồ 2.4:.....	23
Sơ đồ 3.1:.....	27
Sơ đồ 3.2:.....	28
Sơ đồ 3.3:.....	29
Sơ đồ 3.4:.....	29
Sơ đồ 3.5:.....	30
Sơ đồ 3.6:.....	30

DANH MỤC CÁC HÌNH

Hình 1:	Tropolon và một số dẫn xuất tiêu biểu	1
Hình 2:	Một số dẫn xuất quinolin tiêu biểu	2
Hình 1.1.	Phổ tử ngoại của -carotene trong dung môi n-hexan, etanol.....	5
Hình 1.2.	Phổ hồng ngoại của benzyl ancol	6
Hình 1.3.	Phổ cộng hưởng từ hạt nhân của benzyl axetat	8
Hình 1.4.	Phổ khối lượng của benzamit ($C_6H_5CONH_2$).....	12
Hình 3.1:	Mật độ electron trên hệ quinolin.....	28
Hình 3.2:	Phổ 1H -NMR của hợp chất 5	31
Hình 3.3:	Phổ ^{13}C -NMR của hợp chất 5	32
Hình 3.4:	Phổ 1H -NMR của hợp chất 6	33
Hình 3.5:	Phổ ^{13}C -NMR của hợp chất 6	34
Hình 3.6.	Phổ MS của hợp chất 6(LINH4).....	35
Hình 3.7.	Phổ HPCL của hợp chất LINH4.....	36

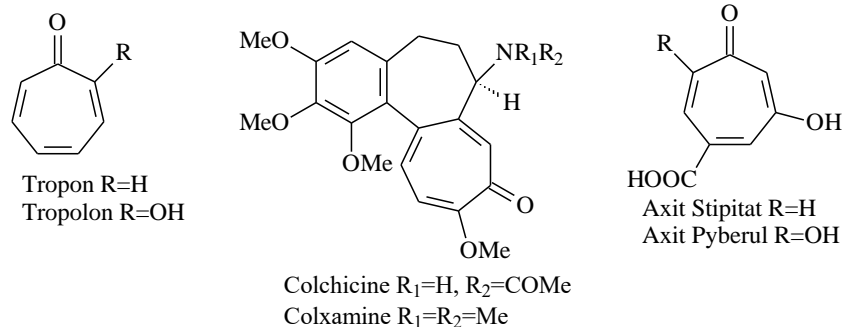
MỞ ĐẦU

Hiện nay ở nước ta việc ứng dụng các phương pháp phổ trong giảng dạy, học tập, nghiên cứu khoa học và trong đời sống sản xuất là rất phổ biến. Các phương pháp phổ không chỉ ứng dụng trong phạm vi ngành hóa học mà còn ở nhiều ngành khác nhau như hóa sinh, y dược, dầu khí, vật liệu, môi trường.

Sự phát triển mạnh mẽ của các phương pháp phổ đã giúp cho việc nghiên cứu trong các ngành Khoa học đặc biệt là Tổng hợp hữu cơ trở nên dễ dàng hơn, phát triển nhanh hơn. Trước đây, để chứng minh cấu tạo của một chất có thể mất hàng năm hoặc có khi kéo dài nhiều năm thì nay có thể thực hiện sau vài giờ, sở dĩ làm được như vậy là nhờ sự hỗ trợ của các phương pháp vật lý hiện đại.

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.

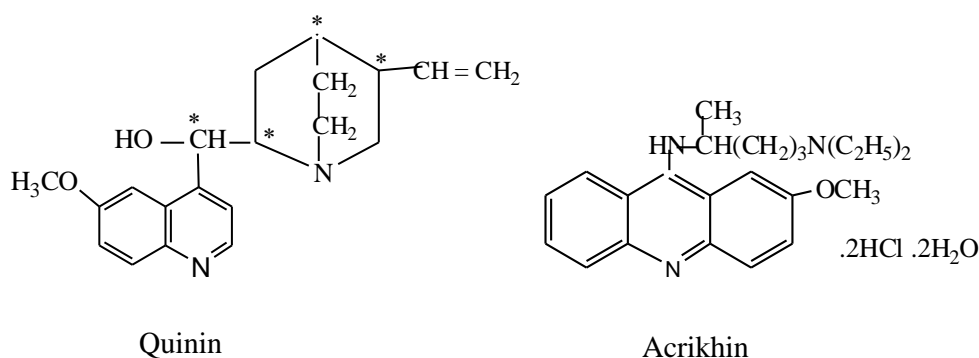
Tropon và tropolon được các nhà hoá học hữu cơ biết đến từ thập kỉ 40 của thế kỉ XX, nguyên nhân chính là do hệ tropolon là một trong những hệ chính trong một số hợp chất thiên nhiên, đa số những hợp chất đó (Hình 1) thể hiện những hoạt tính sinh học quý giá [1] như làm thuốc kháng sinh, chống ung thư, chống oxi hóa, kháng khuẩn [2] v.v.



Hình 1: Tropolon và một số dẫn xuất tiêu biểu

Kolsamin được sử dụng trong y học như thuốc chống mụn nhọt, chống các khối u, colchicin thể hiện hoạt tính chống khuẩn Mito[3]. Trong tài liệu [4] cho biết về tổng hợp các dẫn xuất của Colchicin có thể hiện các hoạt tính kháng khuẩn lao và chống các loại khuẩn gây mụn nhọt. Khoa học đã chứng minh được hoạt tính sinh học của o-alkyl tropolon và các hợp chất tương tự đang được sử dụng làm thành phần chất ức chế tế bào ung thư [4].

Ngoài ra Quinolin và các dẫn xuất của chúng là những hợp chất hết sức quen thuộc và có ứng dụng rộng rãi. Một số ancaloit chứa nhân quinolin có hoạt tính sinh học mạnh đã được sử dụng làm thuốc như quinin được sử dụng làm thành phần thuốc chống sốt rét, sopcain là chất gây mê thuộc loại mạnh nhất, plasmoxin và acrikhin đều có tác dụng chống sốt rét rất hiệu quả [5,6].



Hình 2: Một số dẫn xuất quinolin tiêu biểu

Xét về các phương diện trên thì việc nghiên cứu tổng hợp các dẫn xuất của quinolin là một nhiệm vụ hết sức quan trọng đặc biệt là các dẫn xuất quinolin của tropolon. Đã có rất nhiều nhà khoa học trong và ngoài nước nghiên cứu tổng hợp các hợp chất trên, nhưng kết quả còn nhiều hạn chế. Việc tổng hợp dẫn xuất quinolin của tropolon mới chỉ xuất hiện trên các tạp chí khoa học từ những năm đầu của thế kỉ 21.

Từ những lý do nêu trên, chúng tôi chọn đề tài “ **Phân tích cấu trúc, hàm lượng của một số dẫn xuất 2-(4,6-Diclo-8-metyl quinolin-2-yl)-4,5,6,7-tetracloro-1,3-tropolon bằng một số phương pháp phân tích hóa lý hiện đại**”. Mục tiêu chính của đề tài là sử dụng các phương pháp phổ hiện đại như ¹H-NMR, ¹³C-NMR và phương pháp phổ khối lượng MS để phân tích cấu trúc của một số dẫn xuất 2-(4,6-Diclo-8-metyl quinolin-2-yl)-4,5,6,7-tetracloro-1,3-tropolon tổng hợp được. Sử dụng phương pháp phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao HPLC để xác định hàm lượng của sản phẩm trong các mẫu thu được.