

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN  
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

PHẠM THỊ QUYÊN

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, HÀM LƯỢNG CỦA  
MỘT SỐ DẪN XUẤT 2-(4,6-DICLO-8-METYLQUINOLIN-  
2-YL)-5,7-DI(TERT-BUTYL)-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

**PHẠM THỊ QUYÊN**

**PHÂN TÍCH CẤU TRÚC, HÀM LƯỢNG CỦA  
MỘT SỐ DẪN XUẤT 2-(4,6-DICLO-8-METYLQUINOLIN-  
2-YL)-5,7-DI(TERT-BUTYL)-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

Em xin chân thành cảm ơn PGS. TS Dương Nghĩa Bang - Trưởng Khoa Hóa - 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:

- TS. Phạm Thế Chính - Phó Khoa Hóa - Trường Đại Học Khoa Học - Đại Học Thái Nguyên, đã giúp em trong quá trình phân tích và xử lý kết quả.

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

Cũng nhân dịp này em bày tỏ lời cảm ơn sâu sắc đến gia đình, bạn bè đã động viên, tạo điều kiện giúp đỡ em về cả vật chất lẫn tinh thần trong suốt quá trình học tập và hoàn thành luận văn này.

**Tác giả luận văn**

**Phạm Thị Quyên**

# MỤC LỤC

Trang

LỜI CẢM ƠN .....	a
MỤC LỤC.....	b
DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT .....	e
DANH MỤC CÁC HÌNH.....	f
<b>MỞ ĐẦU</b> .....	1
<b>Chương 1. TỔNG QUAN</b> .....	3
1.1. Tổng quan về các phương pháp xác định cấu trúc.....	3
1.1.1. Phương pháp phổ tử ngoại (UV).....	3
1.1.2. Phương pháp phổ hồng ngoại (IR).....	6
1.1.3. Phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân .....	8
1.1.4. Phương pháp phổ khối lượng (MS) .....	13
1.2. Tổng quan về quinolin và tropolon .....	14
1.2.1. Quinolin.....	14
1.2.2. Tropolon.....	17
<b>Chương 2. THỰC NGHIỆM</b> .....	18
2.1. Dụng cụ, hóa chất và phương pháp phân tích.....	18
2.2. Tổng hợp 3,5-đi(tert-butyl)-1,2-benzoquinon.....	19
2.2.1. Tổng hợp 3,5-đi(tert-butyl)catechol.....	19
2.2.2. Tổng hợp 3,5-đi(tert-butyl)-1,2-benzoquinon.....	20
2.3. Tổng hợp và kết quả phân tích các mẫu quinolin .....	20
2.3.1. Tổng hợp 6-Clo-2,8-đimetyl quinolin-4(1H)-on .....	20
2.3.2. Tổng hợp và kết quả phân tích 4,6-điclo-2,8-đimetyl quinolin .....	21
2.4.3. Tổng hợp và phân tích 4,6-điclo-2,8-đimetyl-5-nitro quinolin.....	21
2.4. Tổng hợp và phân tích các mẫu tropolon.....	22
2.4.1. Tổng hợp và phân tích 2-(4,6-điclo-8-metyl-quinolin-2-yl)-5,7-đi(tert-butyl)-1,3-tropolon.....	22

b

2.4.2. Tổng hợp và phân tích 2-(4,6-điclo-8-metyl-5-nitro quinolin-2-yl)-5,7-đi(tert-butyl) -1,3-tropolon.....	24
2.5. Phân tích hàm lượng chất thu được bằng phương pháp LC-MS .....	25
2.5.1. Hóa chất, thiết bị .....	25
2.5.2. Thiết lập các thông số cho hệ thống LC/MS.....	25
2.5.3. Chuẩn bị mẫu .....	26
2.5.4. Kết quả phân tích .....	26
<b>Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN .....</b>	<b>27</b>
3.1. Kết quả tổng hợp và phân tích các quinolin.....	27
3.1.1. Kết quả tổng hợp và phân tích xác định cấu trúc của 4,6-điclo-2,8-đimetyl quinolin .....	27
3.1.2. Kết quả tổng hợp và phân tích xác định cấu trúc của 5-nitro-4,6-điclo-2,8-đimetyl quinolin.....	28
3.2. Kết quả tổng hợp và phân tích xác định cấu trúc các tropolon.....	29
3.2.1. Kết quả tổng hợp và phân tích cấu trúc của 2-(4,6-điclo-8-metyl-quinolin-2-yl)-5,7-đi(tert-butyl)-1,3-tropolon.....	31
3.2.2. Kết quả phân tích cấu trúc của 2-(5-nitro-4,6-diclo-8-metyl quinolin-2-yl)-5,7-di(tert-butyl) -1,3-tropolon.....	34
3.3. Kết quả phân tích hàm lượng .....	38
<b>KẾT LUẬN .....</b>	<b>40</b>
<b>TÀI LIỆU THAM KHẢO .....</b>	<b>41</b>
<b>PHỤ LỤC</b>	

d

*Số hóa bởi Trung tâm Học liệu – ĐHTN* <http://www.lrc.tnu.edu.vn>

## DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT

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

## DANH MỤC CÁC HÌNH

Trang

Hình 1:	Một số hợp chất chứa hệ quinolin, tropolon đã sử dụng làm thuốc.....	2
Hình 1.2:	Phổ hồng ngoại của benzyl ancol.....	7
Hình 3.1:	Sự phân bố mật độ electron trên vòng benzen.....	29
Hình 3.2:	Cấu trúc của 2-(4,6-điclo-8-metyl-quinolin-2-yl)-5,7-đi(tert-butyl)-1,3-tropolon.....	32
Hình 3.3:	Phổ $^1\text{H-NMR}$ của hợp chất QUYEN3.....	33
Hình 3.4:	Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất QUYEN3.....	34
Hình 3.5:	Cấu trúc của 2-(5-nitro-4,6-diclo-8-metyl quinolin-2-yl)-5,7-đi(tert-butyl) -1,3-tropolon.....	35
Hình 3.6:	Phổ $^1\text{H-NMR}$ của hợp chất QUYEN4.....	35
Hình 3.7:	Phổ $^{13}\text{C-NMR}$ của hợp chất QUYEN4.....	36
Hình 3.8:	Phổ MS của hợp chất QUYEN4.....	37
Hình 3.9:	Phổ HPLC của hợp chất QUYEN4.....	39



## MỞ ĐẦU

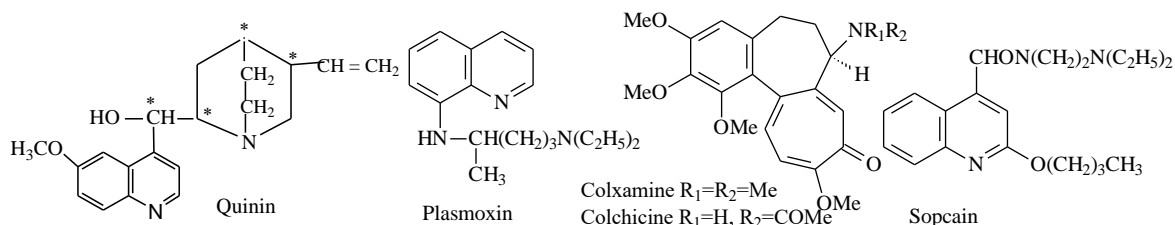
Hiện nay ở nước ta việc ứng dụng các phương pháp phổ trong giảng dạy, học tập, nghiên cứu khoa học và trong đời sống sản xuất là rất phổ biến. Các phương pháp phổ không chỉ ứng dụng trong phạm vi ngành hóa học mà còn ở nhiều ngành khác nhau như hóa sinh, y dược, nông nghiệp, dầu khí, vật liệu, môi trường.

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.

Những hợp chất hữu cơ có chứa hệ quinolin, tropolon thường thể hiện có hoạt tính sinh học đa dạng. Nhiều hợp chất đã được sử dụng làm thành phần chính trong một số loại thuốc lưu hành trên thị trường. Quinin (thuốc chống sốt rét), Sopcain (thuốc gây mê), plasmoxin và acrikhin (thuốc chống sốt rét), Colsamin (thuốc chống mụn nhọt, khối u), Colchicin (chống bệnh gút). Chính vì vậy trong những năm gần đây nhiều nhà khoa học trong nước cũng như trên thế giới tập trung mạnh mẽ vào việc tổng hợp cũng như nghiên cứu cấu trúc và hoạt tính sinh học của chúng. Điều này được thể hiện qua nhiều công trình được đăng tải trên các tạp chí có uy tín trên thế giới cũng như ở trong nước như công trình của Zhe-Shan Quan, Rui-Hua Guo (Trung

Quốc)[15], Hitomi Suzuki (Nhật Bản)[9], Maria Koufaki (Ba Lan)[7], Minkin V.I (Nga) [3,20], Redington RL (Mĩ)[21], Nguyễn Minh Thảo[1], Nguyễn Đình Triệu [2], Dương Nghĩa Bang [3], v.v. Dưới đây là một số quinolin, tropolon có trong dược phẩm đã và đang lưu hành:



**Hình 1: Một số hợp chất chứa hệ quinolin, tropolon đã sử dụng làm thuốc**

Từ những lý do nêu trên, chúng tôi chọn đề tài “ *Phân tích cấu trúc, hàm lượng của dẫn xuất 2-(4,6-diclo-8-metyl quinolin-2-yl)-5,7-di(tert-butyl)-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 <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR và phương pháp phổ khối lượng MS để phân tích cấu trúc của một số dẫn xuất của 2-(4,6-diclo-8-metylquinolin-2-yl)-5,7-di(tert-butyl)-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.