

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN XUÂN MINH

**PHÂN TÍCH CẤU TRÚC MỘT SỐ DẪN XUẤT
2-(4-CLO-7,8-DIMETYLQUINOLIN-2-YL)
-4,5,6,7-TETRACLO-1,3-TROPOLON
BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ HIỆN ĐẠI**

LUẬN VĂN THẠC SĨ HÓA HỌC

THÁI NGUYÊN - 2017

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC

NGUYỄN XUÂN MINH

PHÂN TÍCH CẤU TRÚC MỘT SỐ DẪN XUẤT
2-(4-CLO-7,8-DIMETYLQUINOLIN-2-YL)-
4,5,6,7-TETRACLO-1,3-TROPOLON
BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ 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 - 2017

LỜI CẢM ƠN

Em xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc đối với thầy PGS. TS. Dương Nghĩa Bang - Trưởng Khoa Hóa học - Trường Đại Học Khoa Học - Đại Học Thái Nguyên, đã giao đề tài và trực tiếp hướng dẫn tận tình, giúp đỡ em trong suốt quá trình làm luận văn này.

Em xin trân trọng cảm ơn:

- Thầy TS. Phạm Thế Chính - Phó trưởng Khoa Hóa học- Trường Đại Học Khoa Học - Đại Học Thái Nguyên đã hướng dẫn, giúp đỡ và tư vấn chuyên môn cho em.

- Ban lãnh đạo khoa Hóa học - Trường Đại học Khoa học - Đại Học Thái Nguyên, tập thể các thầy cô 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.

- Các thầy, cô giáo phòng thí nghiệm khoa Hóa - Trường Đại Học Khoa Học - Trường Đại Học Thái Nguyên đã tạo điều kiện và giúp đỡ em.

- Các thầy, cô đã dạy dỗ em trong suốt quá trình học tập.

Cũng nhân dịp này tôi bày tỏ lời cảm ơn sâu sắc đến Ban Giám hiệu, các đồng nghiệp công tác tại trường THPT An Lão-huyện An Lão-Thành phố Hải Phòng, gia đình, người thân, bạn bè đã động viên, tạo điều kiện giúp đỡ tôi về cả vật chất lẫn tinh thần trong suốt quá trình học tập và hoàn thành luận văn này.

Tác giả luận văn

Nguyễn Xuân Minh

MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN	a
MỤC LỤC	b
DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT	d
DANH MỤC BẢNG	e
DANH MỤC HÌNH	f
DANH MỤC SƠ ĐỒ	g
MỞ ĐẦU	8
Chương 1. TỔNG QUAN	10
1.1. Tổng quan về các phương pháp xác định cấu trúc.....	10
1.1.1. Phương pháp phổ tử ngoại (UV).....	10
1.1.2. Phương pháp phổ hồng ngoại (IR).....	12
1.1.3. Phương pháp phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR)	15
1.1.4. Phương pháp phổ khối lượng (MS)	19
1.2. Tổng quan về quinolin và tropolon	21
1.2.1. Quinolin	21
1.2.2. Tropolon.....	25
Chương 2. THỰC NGHIỆM	30
2.1. Dụng cụ, hóa chất và phương pháp thực hiện.....	30
2.2. Tổng hợp và kết quả phân tích các mẫu quinolin	30
2.2.1. Tổng hợp 2,7,8-trimetyl quinolin-4-on	30
2.2.2. Tổng hợp 4-clo-2,7,8-trimetylquinolin	24
2.2.3. Tổng hợp và kết quả phân tích 4-clo-7,8-đimetyl-5-nitro quinolin...32	
2.3. Tổng hợp và kết quả phân tích các mẫu tropolon.....	33
2.3.1. Tổng hợp và phân tích cấu trúc của 2-(4-clo-7,8-đimetyl quinolin-2-yl)- 4,5,6,7- tetraclor-1,3-troplon.....	33

2.3.2. Tổng hợp và phân tích cấu trúc của 2-(4-clo-7,8-dimetyl-5-nitro-quinolin-2 yl)-4,5,6,7-tetraclor-1,3 -tropolon	35
Chương 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN	37
3.1. Tổng hợp và phân tích cấu trúc mẫu quinolin	37
3.1.1. Tổng hợp và phân tích cấu trúc mẫu 4-clo-2,7,8-trimetylquinolin	37
3.1.2. Tổng hợp và phân tích cấu trúc 4-clo-2,7,8-trimetyl-5-nitroquinolin..	38
3.2. Kết quả tổng hợp và phân tích cấu trúc mẫu 4,5,6,7-tetraclor-1,3-tropolon	39
3.2.1. Kết quả phân tích cấu trúc của 2-(4-clo-7,8-dimetylquinolin-2-yl)-4,5,6,7- tetraclor-1,3-tropolon.	41
3.2.2. Kết quả phân tích cấu trúc của 2-(4-clo-7,8-đimetyl-5-nitroquinolin-2-yl)-4,5,6,7- tetraclor-1,3-tropolon.....	37
KẾT LUẬN	48
TÀI LIỆU THAM KHẢO	49
PHỤ LỤC	

DANH MỤC CHỮ VIẾT TẮT

AcOH	: Axit axetic
MeONa	: Natri metylat
MeOH	: Metanol
HPLC	: High-performance liquid chromatography
Me	: Metyl
MS	: Mass Spectrometry
NMR	: Nuclear magnetic resonance
OMe	: Metoxi
PPA	: Axit poliphosphoric
Py	: Pyridine
t-Bu	: Tert-butyl
<i>t</i> -BuOH	: Tert-Butanol
UV	: Ultraviolet

DANH MỤC BẢNG

Bảng 1.1. Tỷ lệ cường độ tín hiệu.....	16
--	----

DANH MỤC SƠ ĐỒ

Sơ đồ 2.1:	30
Sơ đồ 2.2:	31
Sơ đồ 2.3:	32
Sơ đồ 2.4:	33
Sơ đồ 2.6:	35
Sơ đồ 3.1:	37
Sơ đồ 3.2:	38
Sơ đồ 3.3:	39
Sơ đồ 3.4:	40
Sơ đồ 3.5:	40
Sơ đồ 3.6:	41

DANH MỤC HÌNH

Hình 1:	Một số hợp chất chứa hệ quinolin, tropolon đã sử dụng làm thuốc	8
Hình 1.1:	Phổ tử ngoại của -carotene trong dung môi n-hexan, etanol	12
Hình 1.2:	Phổ hồng ngoại của anilin.....	13
Hình 1.3:	Phổ cộng hưởng từ hạt nhân của benzyl axetat	17
Hình 1.4:	Phổ khối lượng của benzamit ($C_6H_5CONH_2$).....	21
Hình 1.5:	Một số hợp chất thiên nhiên có chứa vòng quinolin	22
Hình 1.6:	Một số dẫn xuất của quinolin có hoạt tính chống sốt rét.....	22
Hình 1.7:	Cấu trúc của amquinsin và leniquinsin	23
Hình 3.1:	Mật độ electron trên hệ quinolin.....	38
Hình 3.2:	Phổ 1H -NMR của hợp chất 5.	42
Hình 3.3:	Phổ ^{13}C -NMR của hợp chất 5.....	43
Hình 3.4:	Phổ MS của hợp chất 5.	44
Hình 3.5:	Phổ 1H -NMR của hợp chất 6.	44
Hình 3.6:	Phổ ^{13}C -NMR của hợp chất 6.....	45
Hình 3.7:	Phổ MS của hợp chất 6(MINH4).....	46

DANH MỤC SƠ ĐỒ

Sơ đồ 2.1:	30
Sơ đồ 2.2:	31
Sơ đồ 2.3:	32
Sơ đồ 2.4:	33
Sơ đồ 2.6:	35
Sơ đồ 3.1:	37
Sơ đồ 3.2:	38
Sơ đồ 3.3:	39
Sơ đồ 3.4:	40
Sơ đồ 3.5:	40
Sơ đồ 3.6:	41

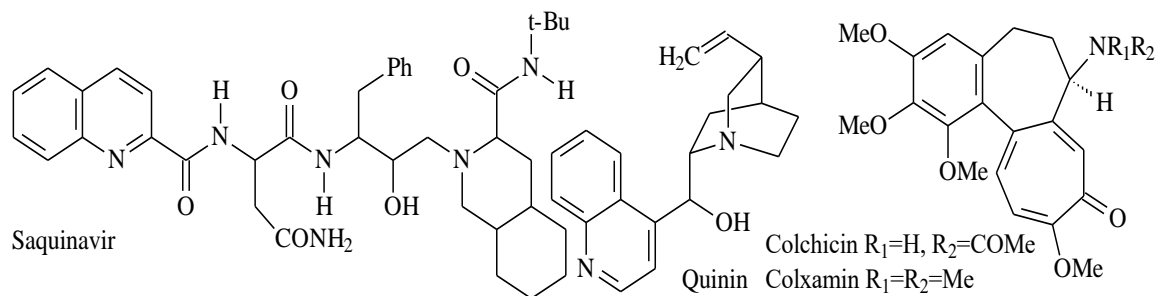
MỞ ĐẦU

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 nhiều thời gian thậm chí 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.

Ngoài ra, nhiều hợp chất hữu cơ chứa hệ quinolin, tropolon đã được sử dụng làm thành phần chính trong một số loại thuốc trên thị trường hiện nay như: Quinin (thuốc chống sốt rét), Colxamin (thuốc chống mụn nhọt, khối u), Colchicin (chống bệnh gút), Saquinavir ức chế virus HIV.



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