

TỔNG HỢP VÀ NGHIÊN CỨU MỘT SỐ DẪN XUẤT 2-(BENZOTHAZOL-2-YLTHIO)ACETOHYDRAZID

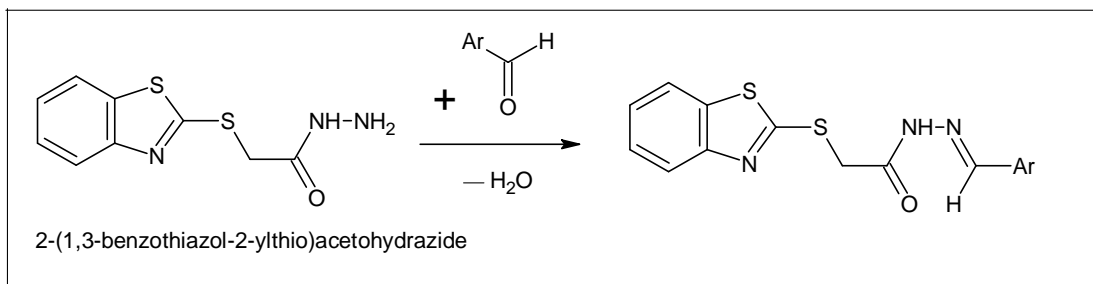
Hồ Xuân Đâu, Trần Thị Kim Ngân

1. Mở đầu

2-(benzothiazol-2-ylthio) acetohydrazid và các dẫn xuất của nó thuộc hợp chất dị vòng hai dị tố, đã được nghiên cứu và ứng dụng rộng rãi trong công nghiệp, nông nghiệp dược học,... Từ những đòi hỏi cấp thiết của thực tiễn cuộc sống, nhận thấy việc tổng hợp, nghiên cứu và đưa vào ứng dụng một số dẫn xuất của 2-(benzothiazol-2-ylthio) acetohydrazid là cần thiết nên chúng tôi chọn đề tài: “Tổng hợp và nghiên cứu một số dẫn xuất của 2-(Benzothiazol-2-Ylthio) acetohydrazid”.

2. Thực nghiệm

Sơ đồ tổng hợp



Ar				
	(D1)	(D2)	(D3)	(D4)

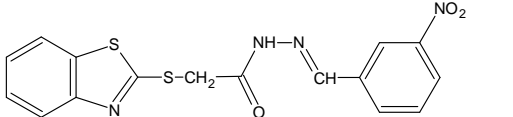
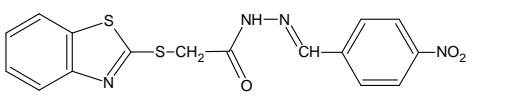
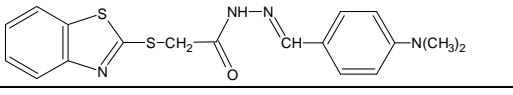
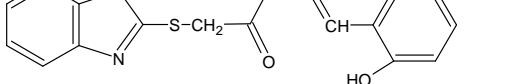
3. Kết quả và thảo luận

Tổng hợp, tinh chế nhiều lần, sản phẩm đạt độ tinh khiết cao các phương pháp theo tài liệu [1] [2]. Tiến hành xác định các hằng số vật lý. Sau đây là một số kết quả.

- Đo nhiệt độ nóng chảy bằng máy SMP3.

- Đo phổ hồng ngoại (IR) ở phòng máy trung tâm thuộc khoa Dược, trường Đại học Y Dược Thành phố Hồ Chí Minh.
- Đo phổ cộng hưởng từ hạt nhân ¹H- NMR tại Viện Hóa học thuộc Viện Khoa học Công nghệ Việt Nam.

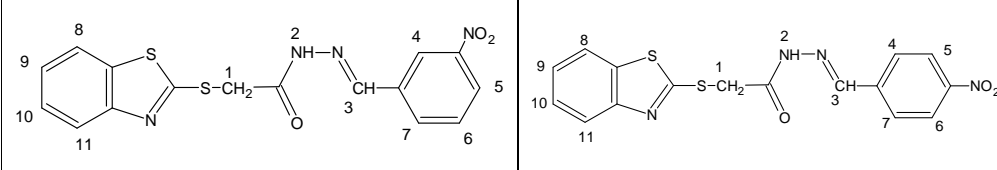
Bảng 1: Công thức và một số tính chất vật lý các chất tổng hợp

Ký hiệu	Công thức cấu tạo	M	Hình dạng	Nhiệt độ nc (°C)	H (%)
D1		372	Bột, màu vàng	180-182	90
D2		372	Hình kim, màu vàng	217-219	85
D3		370	Hình kim, màu trắng	195-196	90
D4		343	Hạt, màu trắng	184-185	85

Bảng 2: Tần số cơ bản trên phổ hồng ngoại (IR). v(cm⁻¹)

Ký hiệu	Công thức phân tử	VOH	VN-N VN-H	VC-H vòng aren	VC-H (no)	VC=O	VC=C VC=N
D1	C ₁₆ H ₁₂ N ₄ S ₂ O ₃		3176	3061	2947 2872	1680	1610 1524 1464
D2	C ₁₆ H ₁₂ N ₄ S ₂ O ₃		3170	3020	2918	1697	1626 1576 1514 1491
D3	C ₁₈ H ₁₈ N ₄ S ₂ O		3170	3076	2816	1670	1606 1529 1425
D4	C ₁₆ H ₁₃ N ₃ S ₂ O ₂	3400	3190	3065	2851	1680	1607 1572 1491 1460

Bảng 3: Tín hiệu của các proton ở D1, D2

H		
	(D1)	(D2)
1	4.327	4.330
2	11.959 12.073	12.009 12.127
3	8.141 8.179	8.152
4	8.532 8.539	7.931 7.981
5	8.242 8.261	8.348
6	7.698 7.755	8.348
7	7.823 7.853	7.931 7.981
8	7.999 8.034	7.979 8.027
9	8.369	8.003 8.034
10	7.441 7.486	7.308 7.327
11	7.344 7.389	7.447 7.480

Từ kết quả thu được cho thấy: Phổ hấp thụ hồng ngoại (IR) của các chất tổng hợp, như sau:

Phổ IR của các chất tổng hợp được từ D1 đến D4 đều được ghi trong vùng phổ 400 cm^{-1} đến 4000 cm^{-1} trong cùng điều kiện là mẫu ép với KBr. Phổ được tổng hợp trong bảng 2 cho thấy: Các chất được tổng hợp đều có peak khá mạnh trong vùng $1650\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$ đặc trưng cho dao động hóa trị $\nu_{\text{C=O}}$. Liên kết NH của nhóm -CO-NH- được nhận ra bằng peak ở trong vùng $3170\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$, tần số dao động $\nu_{\text{C=C}}$ từ $1425\text{-}1572\text{ cm}^{-1}$. Ngoài ra còn các peak đặc trưng của dao động hóa trị ν_{CH} thơm là $3020\text{-}3080\text{ cm}^{-1}$, ν_{CH} no là $2845\text{-}2960\text{ cm}^{-1}$.

Từ các peak trên phổ IR của các chất tổng hợp được, phần nào có thể quy kết và đưa ra được một công thức cấu tạo phỏng đoán của dẫn xuất đó.

Phổ cộng hưởng từ hạt nhân ¹H-NMR của D1, D2 tổng hợp được

Trên phổ ¹H-NMR của các hidrazid N- thể xuất hiện đầy đủ các tín hiệu của tất cả các proton có mặt trong phân tử (xem bảng 3)

4. Kết luận

Xuất phát từ 2-(benzothiazol-2-ylthio) acetohydrazit, chúng tôi đã tổng hợp được 4 hợp chất chứa nhân benzothiazol. Cấu tạo của chúng được xác định nhờ phổ hồng ngoại (IR) và phổ cộng hưởng từ hạt nhân ¹H-NMR.

Chúng tôi đã thực hiện và đã thu được những kết quả sau:

- Tổng hợp được 2-(benzothiazol-2-ylthio) acetohydrazit (theo tài liệu 1) làm chất nền cho các phản ứng ngưng tụ sau.
- Từ 2-(benzothiazol-2-ylthio) acetohydrazid, chúng tôi thực hiện phản ứng ngưng tụ với 4 hợp chất chứa hợp phần cacbonyl tạo được 4 dẫn xuất thể D1, D2, D3, D4, tương ứng.

Ký hiệu	Công thức phân tử	Tên gọi
D1	C ₁₆ H ₁₂ N ₄ S ₂ O ₃	2-(benzothiazol-2-ylthio)-N'-(3-nitrobenzyliden)acetohydrazid
D2	C ₁₆ H ₁₂ N ₄ S ₂ O ₃	2-(benzothiazol-2-ylthio)-N'-(4-nitrobenzyliden)acetohydrazid
D3	C ₁₈ H ₁₈ N ₄ S ₂ O	2-(benzothiazol-2-ylthio)-N'-(4-(dimethylamino)benzyliden)acetohydrazid
D4	C ₁₆ H ₁₃ N ₃ S ₂ O ₂	2-(benzothiazol-2-ylthio)-N'-(2-hydroxybenzyliden)acetohydrazid

- Xác định nhiệt độ nóng chảy, đo phổ hồng ngoại, phổ cộng hưởng từ hạt nhân ¹H-NMR một số chất tổng hợp được.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1]. Nguyễn Hữu Đình, Hồ Xuân Đậu, Hoàng Thị Huệ (2000), Những đặc tính sinh hóa của các hợp chất benzothiazol, *Tạp chí dược học số 10*, trang 14-16.

[2]. Nguyễn Hữu Đình, Nguyễn Thị Kim Phượng, Hồ Xuân Đậu, Trần Thị Tươi, Trần Khắc Sửu, Nghiêm Xuân Trường (12/2001), *Tuyển tập các công trình hội nghị khoa học và công nghệ hóa học hữu cơ toàn quốc lần thứ hai*, trang 37 - 41.

[3]. Nguyễn Hữu Đĩnh, Trần Thị Đà (1999), *Ứng dụng một số phương pháp phổ nghiên cứu cấu trúc phân tử*, NXBGD, Hà Nội.

Tóm tắt

Tổng hợp và nghiên cứu một số dẫn xuất của 2 - (Benzothiazol-2-ylthio)Acetohydrazid

Tổng hợp và phân tích cấu trúc của một số dẫn xuất benzylic 2-(benzothiazol-2-ylthio) acetohydrazid chứa dị vòng. Xác định cấu trúc dãy các hợp chất B-S-CH₂CONNH=CH-Ar (B: Benzothiazol-2-yl) bởi phổ hồng ngoại và phổ cộng hưởng từ hạt nhân.

Abstract

Synthesis and study some derivatives of 2-(Benzothiazol-2-ylthio)Acetohydrazid

Preparation and structure of some benzylic 2-(benzothiazol-2-ylthio) acetohydrazides derivatives containing heterocycles: A series of compound B-S-CH₂CONNH=CH-Ar (B: Benzothiazol-2-yl) have been synthesized from 2-(benzothiazol-2-ylthio) acetohydrazid. Their structure was examined by IR-spectroscopy and ¹H-NMR.