

TỔNG HỢP VÀ TÍNH CHẤT FOCMAZAN.

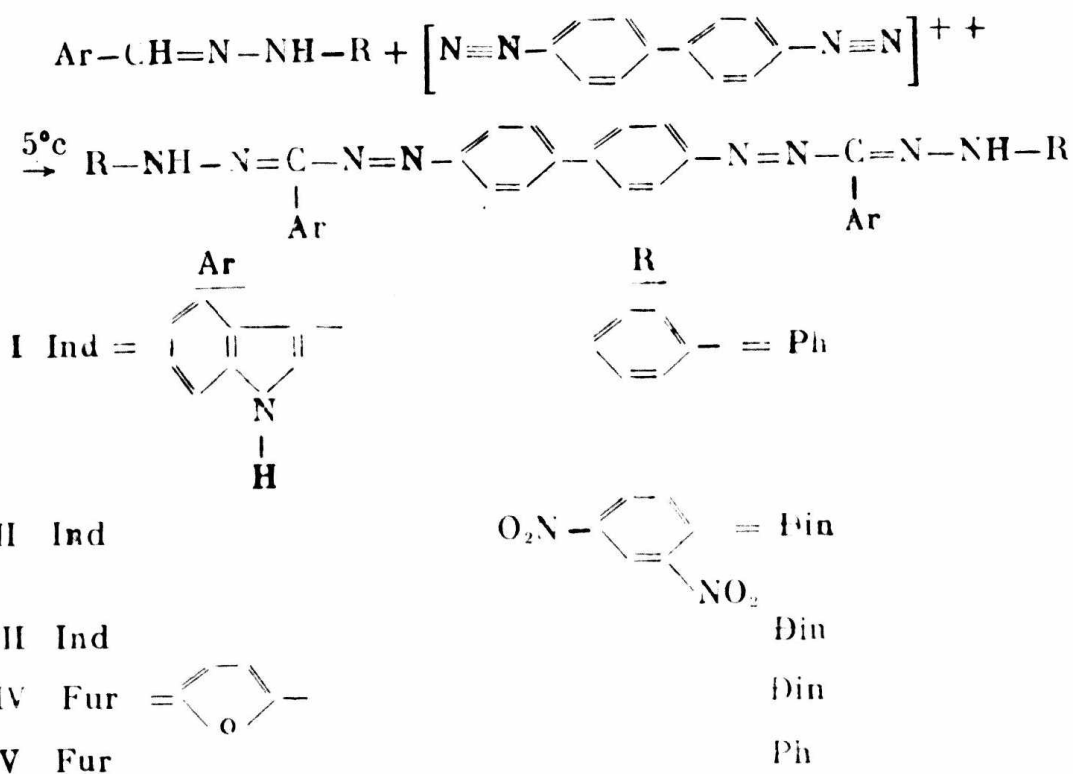
VI. TỔNG HỢP MỘT VÀI DẪN XUẤT. ĐIFOCMAZAN CÓ CHỨA NHÂN DỊ VÒNG FURAN VÀ INDOL

Nguyễn Đình Triệu, Nguyễn Minh Thảo,
Trần Hữu Phận

Các hợp chất focmazan có ý nghĩa quan trọng trong lý thuyết cũng như thực tế đặc biệt là công nghiệp phẩm nhuộm và trong phân tích. Tiếp theo các bài báo trước [1, 2, 3] chúng tôi đã tổng hợp thêm dãy các hợp chất difocmazan có chứa nhân dị vòng furan và indol.

Một số hợp chất difocmazan khác cũng đã được nghiên cứu [4, 5]. Tuy nhiên các hợp chất chúng tôi tổng hợp được chưa thấy công bố trong tài liệu.

Đề tổng hợp dãy trên chúng tôi cho các hidrazon tương ứng phản ứng với muối diazonium ở nhiệt độ dưới 5°C theo sơ đồ sau:



Các hợp chất nhân được dễ tan trong dimetylfoemamit, clorofoc, axitaxetic, khó tan trong rượu và nước. Chúng có màu tím đỏ hoặc màu nâu. Chạy sắc kí bản mỏng với chất hấp thụ Al_2O_3 và hệ dung môi isobutanol – nước (3:2) cho giá

trị R_f từ 0,73 – 0,88. Các giá trị phân tích nguyên tố cho phù hợp giữa thực nghiệm và lý thuyết (xem bảng dưới).

Quang phổ hồng ngoại của diformazan dãy indol chỉ ra hấp thụ của $C=N$ ở 1610cm^{-1} , của $N-H$ (indol) ở 3130cm^{-1} của $N-H$ (formazan) ở 3280cm^{-1} và của nhóm NO_2 ở 1330 và 1530cm^{-1} . Đối với dãy diformazan chứa nhân furan vắng mặt đỉnh hấp thụ $N-H$ của indol.

Quang phổ tử ngoại của chúng cho hấp thụ ở các vùng chính: 250-260 290-300, 380-400nm (trong ancol bão hòa).

KẾT QUẢ TỔNG HỢP MỘT SỐ HỢP CHẤT ĐIFOCMAZAN

Kí hiệu chất	điểm chảy (°C)	hiệu suất (%)	công thức cộng	phân tích nguyên tố			
				%C tính	%C tìm	%H tính	%H tìm
I	292-291	24	$C_{42}H_{32}N_{10} \cdot 1,5 H_2O$	71,69	71,92	4,99	5,08
II	330-331	25	$C_{43}H_{28}O_8 N_{14} \cdot 4H_2O$	54,31	54,47	3,81	3,43
III	298-299	18	$C_{56}H_{40}O_8N_{14}$	71,79	71,60	4,27	4,33
IV	236-237	31	$C_{34}H_{22}O_{10}N_{12} \cdot 5H_2O$	48,11	48,05	3,78	4,15
V	152-153	35	$C_{34}H_{26}O_2N_8 \cdot 3H_2O$	61,55	64,40	5,06	4,98

THỰC NGHIỆM

Quang phổ hồng ngoại được đo trên máy hãng PYE UNICAM SP 2000 (của viện kiểm nghiệm Bộ y tế). Quang phổ tử ngoại đo trên máy PYE UNICAM SP8-300 (của Đại học dược khoa Hà nội). Điểm chảy đo trên máy BOETIUS (CHDC Đức):

Hợp chất 2,4 – dinitrophenylhidrazon của Indol-3-andehit và N-Benzyl indol-3-andehit tổng hợp theo [1].

Hợp chất phenylhidrazon và 2,4 – dinitrophenylhidrazon của furan-2-andehit tổng hợp theo [2]:

Tổng hợp diformazan

Hòa tan 0,01 mol 4,4 – diphenyldiamin vào 20 ml HCl đặc làm lạnh xuống 5°C . Hòa tan 0,015 mol $NaNO_2$ vào 10ml nước rồi vừa khuấy vừa nhỏ từng giọt vào dung dịch muối amin trên ở nhiệt độ dưới 5°C .

Dung dịch muối diazonium vừa điều chế ở trên vào dung dịch của 0,02 mol hidrazon tương ứng trong 100ml metanol ở nhiệt độ dưới 5°C . Sau khi nhỏ hết, tiếp tục khuấy 2 giờ ở nhiệt độ phòng. Lọc kết tủa rửa bằng ancol loãng và kết tinh lại trong clorofoc.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Nguyễn Đình Triệu, Nguyễn Minh Thảo, Trần Hữu Phấn. Tạp chí Hóa học, số 4, tr. 14 (1983)
2. Nguyễn Đình Triệu, Nguyễn Minh Thảo, Trần Hữu Phấn. Tạp chí Hóa học, số 2, tr. 31 (1984)
3. Nguyễn Đình Triệu, Nguyễn Minh Thảo, Trần Hữu Phấn. Tạp chí Hóa học, số 2 (1985)
4. Riet, ; Gick, H, Ann. T. 581, tr. 16, 29 (1953)
5. Seiler, H; Schmid, H Helv. chim. Ac. T. 37, tr. 1 (1954)

Нгуен Динь Чиэу и др.

СИНТЕЗ И СВОЙСТВА ФОРМАЗАНА. СИНТЕЗ НЕКОТОРЫХ ПРОИЗВОДНЫХ ДИФОРМАЗАНА. СОДЕРЖАЮЩИХ ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ РЯДА ФУРАНА И ИНДОЛА

Исследования приводят к синтезу пяти соединений диформазана содержащих гетероциклические ряда фурана и индола их структура была доказана элементными инфракрасными и ультрафиолетовыми анализами

Nguyen Dinh Trieu a. o.

SYNTHESIS AND PROPERTIES OF FORMAZANES. IV. SYNTHESIS OF SOME DERIVATIVES OF DIFORMAZANES CONTAINING HELEVOCYCLIC NUCLEUSES FURANE AND INDOLE

5 derivatives of diformazanes containing the furan and indol rings were synthesized by the reaction of diazonium salt with phenyl - and 2,4 - dinitrophenyl hidrazon of indol - 3 - aldehyde and furan -- 2 -- aldehyde in 0-5°C. Their structure were identified by the elementanalyse and ultraviolet and infra-red spectra.

Bộ môn Hóa hữu cơ
Trường Đại học Tổng hợp Hà Nội

Nhận bài ngày 18-5-1985