

BÀI 1: ĐỊNH TÍNH VÀ ĐỊNH LƯỢNG CÁC THUỐC CÓ NHÓM – OH (phenol), NHÓM -COOH

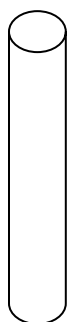
Mục tiêu: Sau khi thực tập xong, sinh viên phải:

1. Làm được các phản ứng định tính các thuốc có cấu trúc nhóm -OH
2. Nắm được nguyên tắc, tiến hành định lượng các thuốc có cấu trúc nhóm - COOH

I. ĐỊNH TÍNH THUỐC CÓ CẤU TRÚC NHÓM -OH

1. ASPIRIN

1.1 Phản ứng thủy phân:



0,2 g chế phẩm

2ml d.d NaOH 2N. Lắc đều → tan hết

Thêm 2ml d.d H₂SO₄ 2N → tủa trắng

Lọc, lấy tủa và dịch lọc để làm các phản ứng tiếp theo

1.2 Phản ứng xác định acid salicylic:



Tủa


1ml nước cất

1 giọt d.d FeCl₃ 5%

→ Dung dịch có màu xanh tím

2. PARACETAMOL

Phản ứng màu của nhóm -OH phenol



0,1 g cồn

2ml nước cất

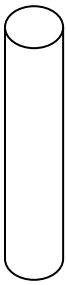
2 giọt dd FeCl₃ 5%

}

→ Dung dịch màu xanh tím

3. VITAMIN B₆

Phản ứng với sắt III clorid.



- Lấy 1ml dịch lọc
- Thêm 2 giọt d.d. FeCl₃ 10%.
- => xuất hiện màu đỏ đậm.
- Thêm vài giọt H₂SO₄ đặc màu đỏ phai dần.

II. ĐỊNH LƯỢNG THUỐC CÓ CẤU TRÚC NHÓM -COOH

1. ĐỊNH LƯỢNG ASPIRIN

1.1. Nguyên tắc:

Aspirin là một acid nên ta có thể định lượng bằng phương pháp trung hòa. Dung dịch chuẩn độ là NaOH 0,1N, chỉ thị phenolphthalein, dung môi alcol trung tính.

1.2. Tiến hành:

Trung tính hóa alcol

Trong erlen cho 10ml alcol, thêm 2 giọt phenolphthalein. Nếu alcol không màu thì cho từng giọt dd NaOH 0,1N cho đến khi xuất hiện màu hồng nhạt.

Chuẩn độ

Hóa Dược

Hòa tan một lượng chế phẩm cân chính xác khoảng 0,5g trong 10 ml ethanol đã trung tính hóa với NaOH 0,1N với chỉ thị phenolphthalein (CT), làm lạnh dung dịch đến 8-10°C, thêm vài giọt dd phenolphthalein (CT), chuẩn độ dung dịch này với dd NaOH 0,1N.

1 ml dd NaOH 0,1N tương ứng với 0,01802 g $C_9H_8O_4$

2. ĐỊNH LƯỢNG ACID BENZOIC

2.1. Trung tính hóa alcol: Lấy khoảng 20ml ethanol 96°, thêm vào đó 1-2 giọt phenolphthalein, nếu dung dịch không màu, nhỏ từ từ từng giọt dung dịch NaOH 0,1N cho đến khi vừa xuất hiện màu hồng bền trong 30 giây. Dùng ethanol này làm dung môi để định lượng.

2.2. Chuẩn độ

Hòa tan một lượng chế phẩm cân chính xác khoảng 0,200 g trong 20 ml ethanol 96° (TT) đã trung tính hóa, thêm 20ml nước và vài giọt chỉ thị phenolphthalein (CT), chuẩn độ dung dịch này với dd NaOH 0,1N.

1 ml dd NaOH 0,1N tương ứng với 0,01221 g $C_7H_6O_2$

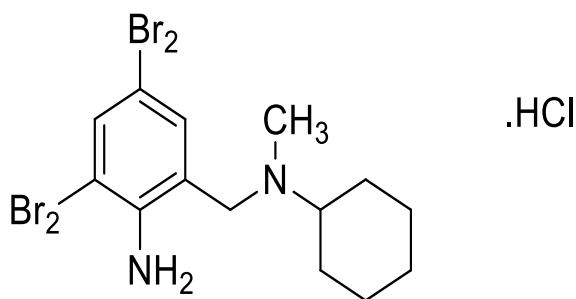
BÀI 2. ĐỊNH TÍNH CÁC THUỐC CÓ NHÓM -NH₂ , TẠO PHỨC CHELAT

Mục tiêu: Sau khi thực tập xong, sinh viên phải:

1. Làm được các phản ứng định tính các thuốc có cấu trúc nhóm -NH₂
2. Viết được phương trình tạo phức, tiến hành định tính các thuốc.

I. ĐỊNH TÍNH THUỐC CÓ NHÓM NH₂

1. Định tính bromhexin hydroclorid:

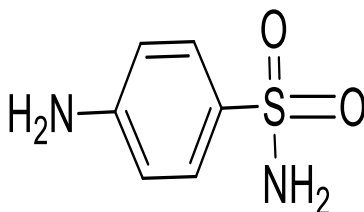


Hòa tan một lượng bột viên tương ứng với 1mg bromhexin hydroclorid trong 3ml dung dịch acid clohydrid 0,1M (TT).

Thêm 0,3ml dung dịch natri nitrit 10% (TT) sau 1 đến 2 phút thêm thêm 1ml dung dịch 2-naphtol trong kiềm (TT).

Hỗn hợp có màu cam thẫm hoặc đỏ và thường có tủa cùng màu.

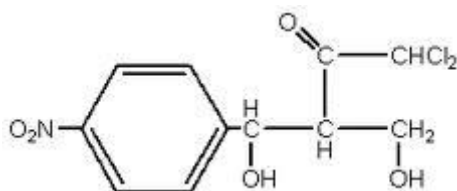
2. Định tính sulfanilamid:



- Hòa tan 100 mg chế phẩm (bằng hạt bắp) vào 2 ml HCl 10%. Làm lạnh trong nước đá.

- Thêm 5 ml dung dịch NaNO_2 1%, lấy 1 ml dung dịch này, cho thêm 5 ml dung dịch β -naphthol trong kiềm (pha ngay khi dùng), sẽ hiện màu đỏ thắm

3. Định tính Cloramphenicol

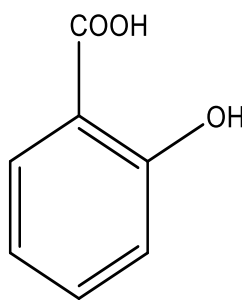


Trong ống nghiệm, phân tán 0,10 g cloramphenicol vào 5ml acid sulfuric 15%. Thả 2 viên kẽm hạt và để sôi bọt khí, thỉnh thoảng lắc đến khi tan hết kẽm. Lọc lấy dịch lọc tiến hành phản ứng sau:

Phản ứng của amin thơm I: Lấy 1ml dịch lọc vào ống nghiệm, thêm 1-2 giọt NaNO_2 0,1 M. Thêm 0,5 ml dung dịch 2-naphthol 0,5% trong NaOH loãng: xuất hiện màu đỏ và tủa đỏ

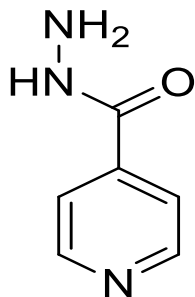
II. ĐỊNH TÍNH CÁC THUỐC TẠO PHỨC CHELAT

1. Định tính acid salicylic:

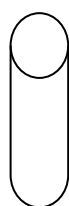


1 ml dung dịch chế phẩm 0,2%, thêm 1-2 giọt acid acetic đậm đặc, 5 giọt dung dịch natri nitrit 10% và 1 giọt dung dịch đồng sulfat 10%. Sau vài phút xuất hiện tủa màu đỏ.

2. Định tính rimifon (INH)



Nghiền mịn 1 viên, hòa tan trong 4ml nước cất, lọc → lấy dịch lọc.

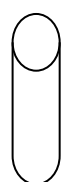


1ml dịch lọc.	}	Tủa màu xanh da trời. Đun nóng →
1 giọt dd CuSO ₄		→ Tủa màu xanh ngọc và có bọt khí.

3. Định tính Ampicillin:

Nghiền mịn viên 0,25g trong cối sứ, hòa tan trong 5ml nước cất, lọc → lấy dịch lọc.

Phản ứng tạo màu



2ml dịch lọc.	}	→ Lắc mạnh để yên 5 phút.
10 giọt hydroxylamin HCl		
thêm 4 giọt dd NaOH 2N		

Thêm 5 giọt HCl & 2 giọt FeCl₃: xuất hiện màu tím đỏ chuyển nhanh sang nâu đỏ.

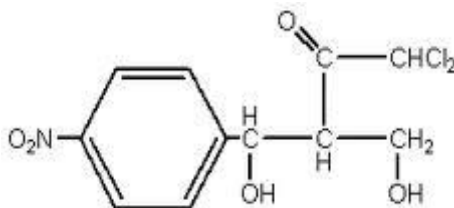
Hoặc thêm 1 giọt dd acid acetic 1N trộn thật kĩ & 1 giọt dd Cu (II): cho tủa màu xanh ngọc.

BÀI 3: ĐỊNH LƯỢNG CÁC THUỐC BẰNG PHƯƠNG PHÁP UV – VIS

Mục tiêu: Sau khi thực tập xong, sinh viên phải:

1. Nắm được nguyên tắc định lượng bằng phương pháp UV-VIS.
2. Tiến hành định lượng các thuốc

I. Định lượng clorampheniol:



Cloramphenicol có 1 cực đại hấp thụ ở 278nm với cường độ hấp thụ cao, cho phép định lượng bằng quang phổ UV.

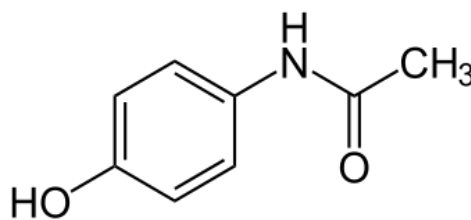
Tiến hành:

+ D.d.1: Hòa tan 90-100mg chất thử vào khoảng 200ml nước, khuấy kỹ và có thể nâng nhiệt độ lên 50⁰ C, đến tan hết. Chuyển dịch vào bình định mức dung tích 500ml. Tráng cốc pha dịch bằng nước nhiều lần và tập trung nước tráng vào bình định mức. Thêm nước vào bình định mức đến vạch, trộn đều.

+ D.d.2: Pha loãng 10ml d.d.1 bằng nước thành 100ml (bình định mức).

Đo độ hấp thụ d.d.2 trên máy quang phổ UV- VIS, cốc đo 1cm, ở bước sóng 278nm. Tính hàm lượng C₁₁H₁₂N₂O₅Cl₂, lấy trị số E (1%, 1cm) ở 278nm bằng 297. Hàm lượng chất này phải đạt 98,0- 102,0% trong chế phẩm thử.

II. Định lượng Paracetamol:



Nguyên tắc: Dùng dung môi hòa tan là dung dịch kiềm. Đo độ hấp thụ của dung dịch chế phẩm ở cực đại 257nm và tính hàm lượng paracetamol dựa vào độ hấp thụ riêng.

Tiến hành: Cân chính xác khoảng 40mg chất thử, hòa tan vào 50ml NaOH 0,4% trong bình định mức 250ml thêm nước tới vạch, trộn đều.

Lấy chính xác 5ml d.d. trên cho vào bình định mức dung tích 100ml. Thêm 10ml NaOH 0,4% rồi thêm nước tới vạch, trộn đều.

Đo độ hấp thụ của d.d.này ở bước sóng 257nm. Tính hàm lượng paracetamol biết A (1%,1cm) bằng ở 257nm bằng 715. Yêu cầu hàm lượng $C_8H_9NO_2$ đạt 98,0-102,0% trong chế phẩm thử.