**Bài 4**

**PHENOBARBITAL, GLUCOSE**

***Mục tiêu thực hành:***

Trình bày và thực hành được:

1. Lý tính đặc trưng và thực hiện các phép thử hoá học và vật lý định tính phenobarbital, glucose.

2. Thực hành thử tinh khiết và định lượng phenobarbital.

3. Thực hành nhận thức, định tính glucose

**I. Dụng cụ, thuốc thử, chỉ thị**

***1. Dụng cụ:*** Khay sứ nhiều lỗ; bình nón 50 và 100 ml

***2. Thuốc thử:*** H2SO4 đậm đặc; NaOH 15% và 10%; NaOH 0,1 M và 2M; AgNO3 5%; Co(NO3)2 20%; CaCl2 20%; NaNO2 bột; ethanol 96%; methanol, thuèc thö Fehling A+B, AgNO3 5%/ammoniac, acid acetic ®Ëm ®Æc, phenylhydrazin 1%

***3. Chỉ thị:*** đỏ methyl, thymolphtalein, giấy quì đỏ

**II. Kiểm nghiệm phenobarbital**

Công thức: C12H12N2O3; ptl : 232,20



**1. Tính chất**

Bột kết tinh màu trắng, không mùi, vị hơi đắng.

Khó tan trong nước và acid vô cơ; tan trong dung dịch NaOH, ethanol.

**2. Hóa tính, định tính**

**2.1. Hoá tính chung của dẫn chất acid barbituric**

***a. Phản ứng với NaOH đặc và đun nóng***

Thuỷ phân ra urê; urê thuỷ phân tiếp ra NH3 và CO2.

O=C(NH2)2 + H2O NH3 + CO2

*Tiến hành:* Hòa tan trong ống nghiệm 0,1 g chất thử vào 4 ml NaOH 15%; đặt mẩu giấy quì đỏ trên miệng ống; đun sôi, hơi bốc lên làm xanh giấy quì đỏ.

***b. Tạo muối với ion kim loại***

Hoà tan vào NaOH 0,1 M để tạo muối natri, tiếp theo cho muối natri phản ứng với các muối kim loại sẽ cho tủa màu tuỳ theo kim loại.

*Ví dụ*: với AgNO3 cho tủa màu trắng:



Muối Ag kép màu trắng *Tiến hành:* Hoà tan chất thử vào 2 ml NaOH 0,1 M tới bão hoà, lọc thu dịch lọc. Thêm từng giọt AgNO3 5% vào dịch lọc, vừa lắc nhẹ: Xuất hiện tủa màu trắng.

**2.2. Phản ứng đặc trưng barbirurat**

*Thuốc thử (1):* Trộn đồng thể tích cobalt (II) nitrat 20% + calci clorid 20%.

*Tiến hành:* Hoà tan khoảng 5 mg phenobarbital vào 2 ml methanol. Thêm 2-3 giọt thuốc thử (1), trộn đều. Thêm, vừa lắc, 2-3 giọt NaOH 10%: Màu xanh tím.

**2.3. Phản ứng màu:** Nitro hóa nhân phenyl trong công thức cấu tạo.

*Tiến hành:* Cho vào lỗ khay sứ 10 mg phenobarbital; thêm 2 giọt H2SO4 đậm đặc, dùng đũa thủy tinh trộn đều. Thêm 5 mg bột natri nitrit NaNO2, trộn: Xuất hiện màu vàng cam chuyển sang đỏ cam.

**3. Thử tinh khiết: (DĐVN IV)**

**3.1. Độ trong và màu sắc dung dịch**

Hoà tan 1,0 g chất thử vào 4 ml NaOH 2M và 6 ml nước; yêu cầu:

- Dung dịch phải trong (so với nước cất).

- Màu dung dịch không đậm hơn màu mẫu V6 (Phụ lục 9.3 - p.p. 2).

**3.2. Giới hạn acid**

Cho vào cốc 1,0 g chất thử và 50 ml nước; đun sôi trong 2 phút. Để nguội, lọc thu dịch. Lấy 10 ml dịch lọc vào ống nghiệm; thêm 0,15 ml đỏ methyl: Dung dịch có màu vàng cam, khi muốn chuyển sang màu vàng thì thể tích NaOH 0,1 M sử dụng không được nhiều hơn 0,1 ml.

**4. Định lượng**

*Nguyên tắc:* Phenobarbital có tính acid yếu; định lượng bằng phương pháp acid-base. Thực hiện theo một trong hai kỹ thuật sau:

**4.1. Acid-base trong dung môi ethanol-nước**

*Nguyên tắc:* Theo phương trình:



Phenobarbital khó tan trong nước nên tiến hành định lượng trong dung môi hỗn hợp ethanol-nước. Chỉ thị thymolphtalein chuyển không màu sang xanh lơ ở pH 9. Do dẫn chất acid barbituric là acid rất yếu, ở điểm kết thúc chỉ thị màu (và cả điện thế) không có thay đổi đột ngột, phải sử dụng màu mẫu. Điểm kết thúc nhận được khi màu của bình thử có cùng đậm độ như màu bình mẫu.

*Tiến hành:*

- Trung hoà dung môi: Lấy 25 ml ethanol 96o vào bình nón dung tích 50 ml, thêm 6 giọt chỉ thị thymolphtalein. Thêm từng giọt NaOH 0,1 M đến khi có màu xanh lơ rõ; dùng làm dung môi định lượng.

- Tiến hành định lượng: Chọn 2 bình nón dung tích 100 ml, đánh số 1 và 2. Cho vào mỗi bình 10 ml dung môi đã trung hoà trên.

*Bình 1:* Cho vào 0,3 g phenobarbital thử (P g) (cân chính xác), lắc đến tan hết.

*Bình 2:* Thêm thể tích nước bằng P/0,0232 ml. Màu bình 2 làm màu mẫu.

Chuẩn độ bình 1 bằng NaOH 0,1 M đến khi xuất hiện màu xanh lơ có độ đậm tương đương màu bình 2.

1 ml dung dịch NaOH 0,1 M tương đương 0,02322 g C12H12N2O3.

Hàm lượng chất này trong chế phẩm thử phải đạt 99,0- 101,0%.

**4.2. Acid-base trong pyridin qua AgNO3**

*Tiến hành:*

- Mẫu thử Hoà tan khoảng 0,1 g phenobarbital thử (cân chính xác) vào 5 ml pyridin trong bình nón dung tích 100 ml. Thêm 0,5 ml chỉ thị thymolphtalein, 10 ml AgNO3 8,5% pha trong pyridin. Chuẩn độ bằng NaOH 0,1 M pha trong ethanol 96% đến màu xanh lơ bền, (ghi V1 ml).

- Mẫu trắng: Tiến hành tương tự mẫu thử, nhưng không có phenobarbital; chuẩn độ hết V2 ml NaOH 0,1 M.

Thể tích NaOH 0,1 M tương ứng lượng phenobarbital trong chế phẩm:

V (ml) = V1- V2

1 ml NaOH 0,1 M tương đương 11,61 mg C12H12N2O3.

**III. Nhận thức, định tính glucose**

***C«ng thøc:*** C6H12O6 ***,*** ptl : 180,20

**1. Tính chất**

- Bột kết tinh màu trắng, vị ngọt nhẹ.

- Dễ tan trong nước, tan trong ethanol; khó tan trong dung môi hữu cơ.

- Góc quay cực riêng[α]D20 = +52,5 đến +53,3o

2. Hóa tính, định tính

2.1 Các phản ứng của nhóm chức aldehyde

a. Lấy 3 ml dung dịch chất thử 1%, thêm 2 ml hỗn hợp thuốc thử Fehling A + B, đun sôi: xuất hiện tủa màu đỏ gạch của đồng (I) oxyd.

b. Tiến hành tương tự như a, nhưng thay thuốc thử Fehling bằng 1 ml dung dịch AgNO3 5% trong amoniac, đun sôi hỗn hợp, xuất hiện tủa màu đen của bạc nguyên tố.

2.2. Phản ứng tạo osazon (glucosazon) với phenylhydrazin

****

+ 3C6H5- NH- NH2 →

Phenylhydrazin Glucozazon

*Tiến hành:* Lấy 2 ml dung dịch glucose 10% vào ống nghiệm, thêm 2 giọt acid acetic đậm đặc và 2 giọt phenylhydrazin 1%, đun sôi cách thủy 10 phút: xuất hiện tinh thể glucosazon màu vàng.