**Bài 3**

**PROCAIN HYDROCLORID**

**LIDOCAIN HYDROCLORID, CAFEIN**

***Mục tiêu thực hành:***

 Trình bày nguyên tắc và thực hiện được:

1. Nhận biết nguyên liệu; thực hành đúng các phép thử định tính procain hydroclorid, lidocain hydroclorid và cafein.

2. Định lượng được procain hydroclorid bằng phép đo nitrit.

**I. Dụng cụ, thuốc thử**

***1. Dụng cụ:*** Máy đo pH; cặp điện cực Ag/AgCl- Platin; máy khuấy từ; chén sứ.

***2. Thuốc thử:*** HCl 10%, 12%; HNO3 10%; H2SO4 10%; AgNO3 5%; NaOH 10%; amoniac đặc; acid picric bão hoà; nước oxy già đậm đặc; tanin 2%; iod 0,05M; NaNO2 0,1 M; 2-naphtol; KBr bột.

**II. Kiểm nghiệm procain hydroclorid**

Công thức: C13H20N2O2 . HCl, ptl : 272,80



**1. Tính chất:** Bột kết tinh màu trắng hoặc gần như trắng, không mùi.

 *Độ tan:* Dễ tan trong nước, tan trong ethanol 96%, tan ít trong cloroform.

**2. Hoá tính và định tính**

***2.1. Phản ứng đặc trưng nhóm amin thơm I:*** Tạo phẩm màu nitơ

*Nguyên tắc:*

 - Tạo muối diazoni:

Ar-NH2 + NaNO2 + 2HCl [Ar-N2+] Cl- + NaCl + 2H2O (I)

 - Ngưng tụ muối diazoni với 2-naphtol cho màu đỏ và tủa đỏ.

*Tiến hành:*

*- Ống nghiệm 1:* Hoà tan 50 mg chất thử vào 3 ml dung dịch HCl 10%. Thêm đúng 1 giọt NaNO2 0,1 M để tạo muối diazoni.

*- Ống nghiệm 2:* Hòa tan 10 mg 2-naphtol vào 10 ml NaOH 10%.

Nhỏ từng giọt dung dịch ống 2 vào ống 1: Xuất hiện màu đỏ và tủa đỏ.

***2.2. Tính khử của procain***

Pha dung dịch S (d.d. S): Hòa tan 2,5 g procain hydroclorid trong nước không có CO2 thành 50,0 ml.

*Tiến hành:* Lấy 1 ml dung dịch S vào ống nghiệm, thêm 0,2 ml H2SO4 10%, trộn đều. Nhỏ từng giọt dung dịch kalipermanganat 0,1%, lắc nhẹ: Mất màu tím, để lại màu nâu (sản phẩm oxy hóa của procain).

***2.3. Phản ứng của ion Cl- (phần HCl):*** Tạo tủa AgCl với AgNO3

*Tiến hành:* Lấy 2 ml d.d. S vào ống nghiệm; thêm 3-4 giọt HNO3 10%, lắc trộn đều; thêm 0,5 ml AgNO3 5%: Xuất hiện tủa màu trắng xám, tan trong amoniac.

**3. Thử tinh khiết**

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

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

 - Màu sắc:Dung dịch S phải không màu (so với nước cất).

***3.2. pH dung dịch:*** Đo bằng máy đo pH

Pha loãng 4 ml d.d. S bằng nước không CO2 thành 10 ml. pH của dung dịch thu được trong khoảng 5,0 - 6,5.

**4. Định lượng:** Bằng phép đo nitrit dựa vào nhóm amin thơm I.

*Phương trình định lượng:* Tạo muối diazoni: Phản ứng (I) phần định tính.

*Điều kiện thực hiện:*

- Cần có chất xúc tác là ion Br- (KBr hoặc NaBr).

- Lượng acid cần phải > 6 HCl (so với nhu cầu là 2 HCl).

- Nhiệt độ duy trì trong suốt quá trình định lượng: 10-150C.

- Chỉ thị đo điện thế với cặp điện cực Ag/AgCl- Platin

*Tiến hành:* Cân chính xác khoảng 0,4 g chất thử cho vào cốc định lượng dung tích 100 ml. Thêm 40 ml HCl 12% và 1 g KBr. Khuấy bằng máy khuấy từ cho tan hết. Làm lạnh trong nước đá đến khoảng 10-150C.

Chuẩn độ bằng dung dịch NaNO2 0,1 M; xác định điểm kết thúc bằng đo điện thế với cặp điện cực Ag/AgCl - Pt (hoặc calomel- Pt).

1 ml NaNO2 0,1 M tương đương 27,28 mg chất C13H20N2O3 . HCl.

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

**III. Nhận thức, định tính Lidocain, cafein**

**1. Lidocain hydroclorid**

Công thức: C14H22N2O. HCl. H2O; ptl : 228,82



**1.1. Tính chất:** Bột kết tinh màu trắng, vị đắng nhẹ.

Dễ tan trong nước, ethanol; tan trong cloroform; không tan trong ether.

**1.2. Hóa tính, định tính**

***Phản ứng 1.*** Kết tủa với thuốc thử chung alcaloid

*Tiến hành:* Lấy 2 ml dung dịch chất thử 2,5% vào ống nghiệm; thêm 2 ml dung dịch acid picric bão hoà: Xuất hiện tủa màu vàng.

***Phản ứng 2.*** Ion Cl-: Dung dịch chất thử cho kết tủa AgCl màu trắng xám với thuốc thử AgNO3 5%, tủa tan trong amoniac.

**2. Cafein**

Công thức: C8H10N4O2 (khan); ptl : 194,20



**2.1 Tính chất**

Bột tinh thể hình kim màu trắng, xốp, vị đắng nhẹ.

Thăng hoa khi đun nóng khô ở nhiệt độ > 1000C.

Khó tan trong nước, dễ tan khi thêm natri benzoat; tan trong ethanol, cloroform; không tan trong ether.

**2.2. Hoá tính, định tính**

***2.2.1. Phản ứng màu Murexit*** ***(chung cho các dẫn chất xanthin)***

Các dẫn chất xanthin như cafein, theobromin, theophyllin, bị oxy hoá bằng các tác nhân oxy hoá mạnh kèm đun nóng, chuyển thành acid purpuric, tạo muối amoni với amoniac có màu đỏ hồng:

 Dẫn chất xanthin Purpurat amoni

 (màu đỏ hồng)

*Tiến hành:* Cho vào chén sứ khoảng 30 mg cafein, thêm 1ml HCl 10% và 5 giọt nước oxy già đậm đặc. Đun trên nồi cách thuỷ đến gần cạn, lấy ra và để nguội. Nhỏ vào cặn 1-2 giọt amoniac 15%: xuất hiện màu đỏ hồng đậm.

***2.2.2. Phản ứng với tanin***

Lắc bột cafein với 3 ml nước, lọc lấy dịch lọc. Thêm từng giọt dung dịch tanin 2% vào dịch lọc: Xuất hiện tủa màu trắng. Tiếp tục nhỏ tanin 2%: Tủa tan.

***2.2.3. Với dung dịch iod:*** Dung dịch cafein trong nước không tạo tủa với dung dịch iod, nhưng khi thêm acid hydroclorid 10% sẽ kết tủa màu nâu.

*Tiến hành:* Lắc bột cafein vào 3 ml nước tới bão hoà, lọc thu dịch lọc. Thêm 2-3 giọt iod 0,05 M: Không thấy kết tủa.

Thêm vài giọt HCl 10%: Xuất hiện tủa màu nâu.

**\* Thuốc thử sinh viên tự pha:**

*Dung dịch acid sulfuric 10%:*

Nhỏ từ từ, vừa khuấy 6 ml H2SO4 96% vào cốc đã có sẵn 50 ml nước; làm nguội. Chuyển vào ống đong; thêm nước vừa đủ 100 ml.