



HÓA DƯỢC 1 - THỰC HÀNH

KHOA DƯỢC

BỘ MÔN HÓA DƯỢC



Bài 3: ĐỊNH TÍNH KHÁNG SINH NHÓM CYCLIN VÀ KIỂM ĐỊNH CLORAMPHENICOL

BỘ MÔN HÓA DƯỢC



MỤC TIÊU

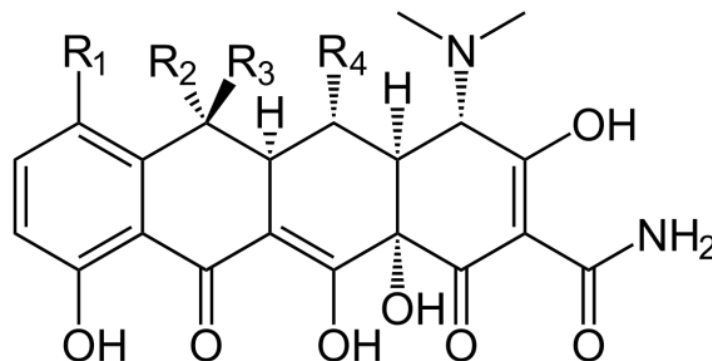
1. Trình bày cấu trúc và đặc điểm nhận dạng các kháng sinh nhóm cyclin.
2. Thực hiện các phản ứng định tính đặc trưng của cyclin (FeCl_3 , Fehling, H_2SO_4 đặc, UV).
3. Nhận biết cloramphenicol qua các phản ứng định tính trong môi trường kiềm và với AgNO_3 .
4. Định lượng cloramphenicol bằng phương pháp đo quang UV.



- 1. Lý thuyết:** Cấu trúc, tính chất hóa lý, huỳnh quang và phản ứng màu của cyclin và cloramphenicol.
- 2. Thực hành:** Thực hiện các phản ứng màu, huỳnh quang và định lượng bằng UV-Vis.



A. ĐỊNH TÍNH KHÁNG SINH NHÓM CYCLIN



Chất	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
Tetracyclin	H	CH ₃	OH	H
Clotetracyclin	Cl	CH ₃	OH	H
Oxytetracyclin	H	CH ₃	OH	OH
Doxycyclin	H	CH ₃	H	OH



➤ **Tetracyclin hydroclorid:** $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$. P.t.l: 408,9

- Bột tinh thể vàng, không mùi, vị đắng.
- Tan trong 10 phần nước, dung dịch trong nước về sau vẫn đục do phóng thích tetracyclin base. Tan trong 100 phần cồn 95%.

➤ **Oxytetracyclin hydroclorid:** $C_{22}H_{24}N_2O_9 \cdot HCl$. P.t.l: 496,9

- Bột tinh thể vàng, không mùi, vị đắng.
- Tan trong 3 phần nước, dung dịch trong nước về sau vẫn đục do giải phóng oxytetracyclin base. Khó tan trong cồn.

➤ **Doxycyclin hydroclorid:** $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl \cdot 1/2 H_2O$. P.t.l: 512,9

- Bột hay tinh thể vàng
- Tan trong 3 phần nước, 4 phần methanol, tan chậm trong ethanol 96%, không tan trong cloroform, ether. Tan trong dung dịch kiềm carbonat, pH dung dịch 1% (khối lượng/ thể tích) là 2 – 3.

➤ **Clotetracyclin hydroclorid:** $C_{22}H_{23}N_2O_8Cl \cdot HCl$. P.t.l: 515,4

- Bột tinh thể vàng, không mùi, vị đắng.
- Rất ít tan trong nước, ít tan trong cồn, không tan trong cloroform, aceton.

A. ĐỊNH TÍNH KHÁNG SINH NHÓM CYCLIN

1. PHẢN ỨNG ĐỊNH TÍNH CHUNG

Thực hiện cùng lúc với các chế phẩm

1. 1. Phản ứng màu với FeCl_3

Hòa tan một ít chế phẩm (bằng hạt gạo) trong 1 ml nước. Thêm 2 giọt hỗn hợp gồm 9 ml ethanol và 1 ml dung dịch FeCl_3 10%. Các Cyclin cho màu nâu sậm.

1. 2. Phản ứng khử với thuốc thử Fehling

Lấy một ít chế phẩm (bằng hạt gạo) hòa tan trong 2 ml NaOH 0,1N.

Thêm 1,0 ml thuốc thử Fehling, đun nóng. Cho màu xanh lá (quan sát nhanh), rồi tua đỏ Cu_2O thành. Riêng doxycyclin cho màu xanh lá cây đậm.



A. ĐỊNH TÍNH KHÁNG SINH NHÓM CYCLIN

2. PHẢN ỨNG ĐỊNH TÍNH PHÂN BIỆT

Thực hiện cùng lúc với các chế phẩm khác

2.1. Phản ứng màu với H_2SO_4 đậm đặc

Thêm 5 ml acid sulfuric đậm đặc vào khoảng 2 mg chế phẩm :

- Tetracyclin: màu đỏ tím tạo thành, thêm 2,5 ml nước, dung dịch chuyển thành màu vàng .
- Oxytetracyclin: màu đỏ đậm tạo thành, thêm 2,5 ml nước, dung dịch chuyển thành màu vàng .
- Doxycyclin: màu vàng tạo thành.
- Clotetracyclin: màu xanh dương, chuyển thành xanh lá rồi xanh thẫm (màu rêu bần), thêm 2,5 ml nước, dung dịch chuyển thành màu vàng

2.2. Phản ứng phát huỳnh quang

Trong ống nghiệm, cho chế phẩm vào (khoảng hạt gạo). Thêm 10ml dung dịch NaOH 0,1N. Trên tờ giấy, lần lượt nhỏ từng dung dịch ở các vị trí khác nhau, sấy khô 60 °C.

Soi dưới đèn tử ngoại 360 nm. Kết quả:

- Tetracyclin, oxytetracyclin, doxycyclin : huỳnh quang vàng.
- Clotetracyclin: huỳnh quang xanh lơ.



A. ĐỊNH TÍNH KHÁNG SINH NHÓM CYCLIN

3. PHẢN ỨNG XÁC ĐỊNH MUỐI HYDROCLORID

Hòa 0,1 g chế phẩm với 5 ml nước. Lọc.

Thêm vào dịch lọc 3 giọt HNO_3 10%, 3 giọt dung dịch AgNO_3 5%.

Các muối hydroclorid cho tủa trắng.

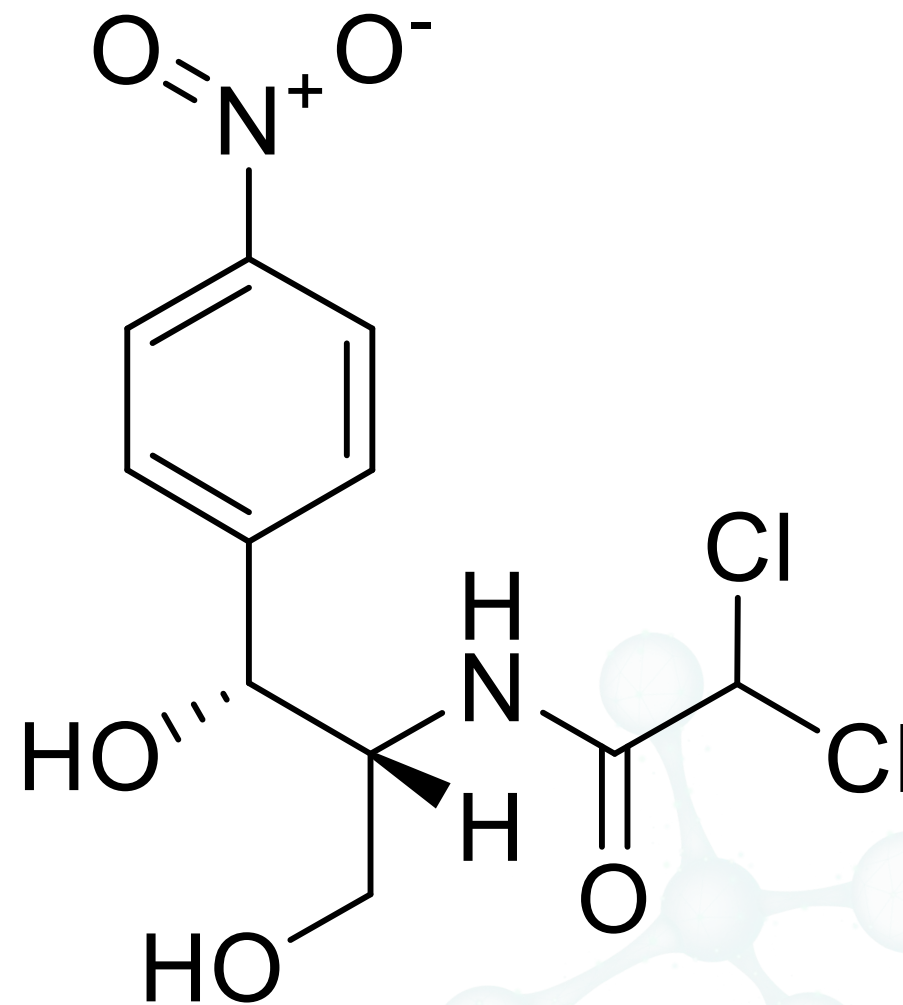


B. CLORAMPHENICOL

- Tên khoa học: *D*(-) – threo-paranitrophenyl-1-dicloroacetamid-2-propandi-ol-1,3
- $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$ P.t.l: 323,13
- Thành phần % clor: 21,95%.

TÍNH CHẤT

- Bột kết tinh trắng, trắng xám hay trắng vàng, không mùi, vị rất đắng.
- Độ tan: dễ tan trong cồn, aceton, ethyl acetat, propylen glycol. Hơi tan trong ether và cloroform. Khó tan trong nước (1 phần 400 ở 25 °C).
- Nhiệt độ nóng chảy: 148 – 151 °C.



B. CLORAMPHENICOL

1. ĐỊNH TÍNH

- Lắc một ít cloramphenicol với 2 ml dung dịch NaOH 10%, đun cách thủy sẽ hiện màu vàng. Tiếp tục đun cách thủy, màu chuyển sang cam.
- Đun đến sôi: chức amin bị thủy phân, đồng thời nitơ ở mạch ngang bị tách ra dưới dạng NH_3 (phát hiện qua mùi hoặc bằng giấy quỳ đỏ) có kết tủa đỏ gạch.
- Dung dịch để nguội, acid hóa bằng HNO_3 loãng. Lọc bỏ tủa.
- Dịch lọc thêm vài giọt AgNO_3 2%: có tủa trắng tạo thành.



B. CLORAMPHENICOL

2. ĐỊNH LƯỢNG

2.1. Nguyên tắc

- **Phương pháp đo quang:** mật độ quang (sự hấp thu ánh sáng đơn sắc) của một dung dịch tỷ lệ với nồng độ của hoạt chất có trong dung dịch ở bước sóng cho hấp thu cực đại ($\lambda_{\max}$). Cloramphenicol có hấp thu cực đại ở bước sóng 278 nm nên có thể định lượng bằng phương pháp đo quang.

Hàm lượng cloramphenicol $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$ trong chế phẩm tính theo công thức sau:

$$C\% = \frac{A \times n \times 100}{E_1^1 \times p}$$

- Chế phẩm phải chứa không ít hơn 98% và không nhiều hơn 102% $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$.



B. CLORAMPHENICOL

2.2. Tiến hành

- Hòa tan khoảng 0,1000 g chế phẩm bằng nước trong bình định mức 500 ml
- *(Chú ý: giai đoạn này cần hòa tan thật kỹ, có thể sử dụng siêu âm không gia nhiệt trong 5 phút).*
- Lấy 10,0 ml dung dịch trên pha loãng với nước thành 100,0 ml (dùng bình định mức 100 ml).
Đo độ hấp thu của dung dịch này bằng cốc đo quang dày 1cm ở $\lambda_{\max}$ 278 nm.





- **Lý thuyết:** Cấu trúc, tính chất hóa lý, huỳnh quang và phản ứng màu của cyclin và cloramphenicol.
- **Thực hành:** Thực hiện các phản ứng màu, huỳnh quang và định lượng bằng UV-Vis.

•



THANK YOU



Hóa dược 1 - Thực hành: Định tính kháng sinh nhóm cyclin và kiểm nghiệm chloramphenicol © 2026 bởi Phan Thị Thanh Thủy được cấp phép theo CC BY-NC-ND 4.0.