

ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM

TRƯƠNG XUÂN HIẾU

**XÁC ĐỊNH ĐỒNG THỜI PARACETAMOL, CAFEIN VÀ
PHENOBARBITAL TRONG THUỐC THẦN KINH D3 BẰNG
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ PHÂN TỬ (UV-Vis)
VÀ PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỎNG HIỆU NĂNG CAO (HPLC).**

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC VẬT CHẤT

THÁI NGUYÊN - NĂM 2014

**ĐẠI HỌC THÁI NGUYÊN
TRƯỜNG ĐẠI HỌC SƯ PHẠM**

TRƯƠNG XUÂN HIẾU

**XÁC ĐỊNH ĐỒNG THỜI PARACETAMOL, CAFEIN VÀ
PHENOBARBITAL TRONG THUỐC THẦN KINH D3 BẰNG
PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ PHÂN TỬ (UV-Vis)
VÀ PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỎNG HIỆU NĂNG CAO (HPLC).**

Chuyên ngành: Hóa phân tích

Mã số: 60.44.01.18

LUẬN VĂN THẠC SĨ KHOA HỌC VẬT CHẤT

Hướng dẫn khoa học: TS. MAI XUÂN TRƯỜNG

THÁI NGUYÊN - NĂM 2014

LỜI CẢM ƠN

Luận văn này được thực hiện tại phòng thí nghiệm của Bộ môn Hóa học phân tích, Trường Đại học Sư phạm - Đại học Thái Nguyên.

Để hoàn thành được luận văn này tôi đã nhận được rất nhiều sự động viên, giúp đỡ của nhiều cá nhân và tập thể.

Trước hết, tôi xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc đến thầy giáo TS. Mai Xuân Trường đã tận tình chỉ bảo, động viên và giúp đỡ tôi trong quá trình học tập, nghiên cứu và thực hiện luận văn.

Xin bày tỏ lòng biết ơn chân thành tới các thầy cô giáo, người đã đem lại cho tôi những kiến thức bổ trợ vô cùng có ích trong những năm học vừa qua.

Xin gửi lời cảm ơn chân thành tới Ban giám hiệu, phòng Đào tạo, Khoa Hoá học và các cán bộ phòng thí nghiệm Khoa Hoá học Trường Đại học Sư phạm - Đại học Thái Nguyên, đã tạo điều kiện cho tôi trong quá trình học tập, nghiên cứu và hoàn thiện luận văn.

Cuối cùng tôi xin bày tỏ lòng biết ơn sâu sắc đến gia đình, bạn bè, đồng nghiệp những người đã luôn bên tôi, động viên và khuyến khích tôi trong quá trình thực hiện đề tài nghiên cứu của mình.

Tôi xin chân thành cảm ơn !

Thái Nguyên, tháng 8 năm 2014

Tác giả

Trương Xuân Hiếu

LỜI CAM ĐOAN

Tôi xin cam đoan: đề tài "*Xác định đồng thời paracetamol, cafein và phenobarbital trong thuốc thần kinh D3 theo phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử (UV-Vis) và phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC)*" là do bản thân tôi thực hiện. Các số liệu, kết quả trong đề tài là trung thực. Nếu sai sự thật tôi xin chịu trách nhiệm.

Thái nguyên, tháng 08 năm 2014

Tác giả luận văn

Trương Xuân Hiếu

XÁC NHẬN CỦA KHOA HOÁ HỌC
TRƯỜNG ĐHSP- ĐHTN

XÁC NHẬN
CỦA GIÁO VIÊN HƯỚNG DẪN

TS. Mai Xuân Trường

MỤC LỤC

Lời cảm ơn	i
Lời cam đoan	ii
Mục lục	iii
Danh mục các từ viết tắt	iv
Danh mục các bảng	v
Danh mục các hình	vi
Chương 1: TỔNG QUAN TÀI LIỆU	2
1.1. Tổng quan về paracetamol, cafein và phenobarbital	2
1.1.1. Paracetamol	2
1.1.2 Cafein.	5
1.1.3 Phenobarbital	9
1.2. Các định luật cơ sở của sự hấp thụ ánh sáng.	12
1.2.1. Định luật Bughe - Lămbe – Bia	12
1.2.2. Định luật cộng tính	13
1.2.3. Những nguyên nhân làm cho sự hấp thụ ánh sáng của dung dịch không tuân theo định luật Bughe – Lămbe – Bia	13
1.3. Một số phương pháp xác định đồng thời các cấu tử	15
1.3.1. Phương pháp Vierordt	15
1.3.2. Phương pháp phổ đạo hàm	16
1.3.3. Phương pháp mạng nơon nhân tạo	18
1.3.4. Phương pháp lọc Kalman	20
1.4. Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao HPLC	20
1.4.1. Nguyên tắc của phương pháp HPLC	21
1.4.2. Sơ đồ máy HPLC	22
1.4.3. Kết quả xác định một số chất theo phương pháp HPLC	22
Chương 2: THỰC NGHIỆM	24

2.1. Nội dung nghiên cứu.....	24
2.1.1. Phương pháp HPLC	24
2.1.2. Phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử	24
2.2. Phương pháp nghiên cứu.....	25
2.2.1. Phương pháp nghiên cứu lý thuyết.....	25
2.2.2. Phương pháp thực nghiệm	25
2.3. Đánh giá độ tin cậy của quy trình phân tích	26
2.3.1. Giới hạn phát hiện (LOD).....	26
2.3.2. Giới hạn định lượng (LOQ)	26
2.3.3. Đánh giá độ tin cậy của phương pháp	26
2.3.4. Đánh giá kết quả phép phân tích theo thống kê	27
2.4. Thiết bị, dụng cụ và hóa chất	28
2.4.1. Thiết bị	28
2.4.2. Dụng cụ	28
2.4.3. Hóa chất.....	28
2.4.4. Chế phẩm thần kinh D3	29
2.5. Chuẩn bị các dung môi để hòa tan mẫu.....	29
Chương 3: KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ THẢO LUẬN	31
3.1. Xác định đồng thời paracetamol, cafein và phenobarbital theo phương pháp HPLC.....	31
3.1.1. Xây dựng điều kiện để xác định đồng thời 3 chất paracetamol, cafein và phenobarbital.....	31
3.1.2. Đánh giá phương pháp định lượng	34
3.1.3. Khảo sát độ đúng của phép xác định PRC, CFI và PNB theo phương pháp thêm chuẩn.....	41
3.2. Xác định đồng thời paracetamol, cafein và phenobarbital theo phương pháp quang phổ hấp thụ phân tử	43
3.2.1 Khảo sát phổ hấp thụ phân tử của paracetamol, cafein và phenobarbital.....	43

3.2.2. Khảo sát sự phụ thuộc độ hấp thụ quang của PRC, CFI và PNB vào pH44	
3.2.3. Khảo sát sự phụ thuộc độ hấp thụ quang của PRC, CFI và PNB theo thời gian.....	45
3.2.4. Khảo sát sự phụ thuộc độ hấp thụ quang của PRC, CFI và PNB theo nhiệt độ.....	46
3.2.5. Khảo sát khoảng tuyến tính tuân theo định luật Bughe – Lambe – Bia của PRC, CFI và PNB. Xác định chỉ số LOD và LOQ.	48
3.2.6. Khảo sát và đánh giá độ tin cậy của phương pháp nghiên cứu trên các mẫu tự pha.....	54
3.2.7. Xác định hàm lượng PRC, CFI và PNB trong thuốc thần kinh D3 và đánh giá độ đúng của phép phân tích theo phương pháp thêm chuẩn	61
KẾT LUẬN	67
TÀI LIỆU THAM KHẢO	69

DANH MỤC CÁC TỪ VIẾT TẮT

Tiếng việt	Tiếng Anh	Viết tắt
Paraxetamon	Paracetamol	PRC
Cafêin	Cafein	CFI
Phenobabital	Phenobarbital	PNB
Giới hạn phát hiện	Limit Of Detection	LOD
Giới hạn định lượng	Limit Of Quantity	LOQ
Sai số tương đối	Relative Error	RE
Độ lệch chuẩn	Standard Deviation	S hay SD
Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao	High Performance Liquid Chromatography	HPLC

DANH MỤC CÁC BẢNG

Bảng 3.1. Giá trị các đại lượng đặc trưng của PRC, CFI và PNB.....	36
Bảng 3.2. Kết quả khảo sát thời gian lưu của PRC, CFI và PNB.....	36
Bảng 3.3. Kết quả khảo sát diện tích pic của PRC, CFI và PNB	36
Bảng 3.4. Mối tương quan giữa nồng độ và diện tích pic của PRC, CFI và PNB	37
Bảng 3.5. Kết quả khảo sát độ lặp lại.....	40
Bảng 3.6. Kết quả phân tích thuốc thần kinh D3	41
Bảng 3.7. Kết quả khảo sát độ đúng.....	42
Bảng 3.8. Độ hấp thụ quang của PRC, CFI và PNB ở các giá trị pH.....	44
Bảng 3.9. Sự phụ thuộc độ hấp thụ quang của PRC, CFI và PNB theo thời gian	45
Bảng 3.10. Sự phụ thuộc độ hấp thụ quang của PRC, CFI và PNB theo nhiệt độ ...	47
Bảng 3.11. Độ hấp thụ quang của dung dịch PRC ở các giá trị nồng độ.....	48
Bảng 3.12. Kết quả xác định LOD và LOQ của PRC.....	50
Bảng 3.13. Sự phụ thuộc độ hấp thụ quang của CFI theo nồng độ	51
Bảng 3.14. Kết quả tính LOD và LOQ của CFI	52
Bảng 3.15. Sự phụ thuộc độ hấp thụ quang của PNB theo nồng độ.....	53
Bảng 3.16. Kết quả tính LOD và LOQ của PNB.....	54
Bảng 3.17. Pha chế các dung dịch hỗn hợp PRC và CFI.....	54
Bảng 3.18. Kết quả tính nồng độ, sai số của PRC và CFI trong hỗn hợp.....	55
Bảng 3.19. Pha chế các dung dịch hỗn hợp PRC và PNB	56
Bảng 3.20. Kết quả tính nồng độ, sai số của PRC và PNB trong hỗn hợp	57
Bảng 3.21. Pha chế các dung dịch hỗn hợp CFI và PNB.....	58
Bảng 3.22. Kết quả tính nồng độ, sai số của CFI và PNB trong hỗn hợp	58
Bảng 3.23. Pha các dung dịch chuẩn PRC, CFI, PNB và hỗn hợp.....	59
Bảng 3.24. Kết quả tính nồng độ, sai số của PRC, CFI và PNB	60

Bảng 3.25. Kết quả tính nồng độ, sai số PRC, CFI và PNB trong mẫu thuốc thần kinh D3	62
Bảng 3.26. Thành phần các dung dịch chuẩn PRC, CFI và PNB thêm vào dung dịch mẫu thuốc thần kinh D3	Error! Bookmark not defined.
Bảng 3.27. Kết quả xác định độ thu hồi của PRC, CFI và PNB trong mẫu thuốc thần kinh D3	64