

PHỤ LỤC 8

8.1 CÁC PHẢN ỨNG ĐỊNH TÍNH

Acetat

A. Đun nóng chế phẩm với cùng một lượng *acid oxalic* (TT). Hơi xông ra có mùi acid acetic.

B. Hòa tan khoảng 30 mg chế phẩm trong 3 ml *nước* hoặc lấy 3 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm lần lượt 0,25 ml *dung dịch lanthan nitrat 5 %* (TT), 0,1 ml *dung dịch iod 0,1 N* và 0,05 ml *dung dịch amoniac 2 M* (TT) và đun nóng hỗn hợp cẩn thận đến sôi, sau vài phút xuất hiện tủa màu xanh lam hay màu xanh lam thẫm.

Nhóm acetyl

Lấy một ống nghiệm (kích thước 18 mm × 180 mm), cho vào khoảng 15 mg chế phẩm hay một lượng theo chỉ dẫn trong chuyên luận và 0,15 ml *acid phosphoric* (TT). Đậy ống nghiệm bằng một nút có mang bên trong một ống nghiệm nhỏ hơn (kích thước 10 mm × 100 mm), ống nghiệm này chứa nước để làm sinh hàn. Cho một giọt *dung dịch lanthan nitrat 5 %* (TT) bám vào thành đáy ngoài của ống nghiệm nhỏ (sao cho giọt thuốc thử này không bị rơi xuống ống nghiệm chứa chế phẩm trong suốt quá trình thí nghiệm, nếu rơi phải làm lại thí nghiệm từ đầu). Đặt thiết bị trong cách thủy sôi 5 min (trừ trường hợp chế phẩm khó thủy phân), sau đó lấy ống nghiệm nhỏ ra, gạt chất lỏng thu được ở đáy ngoài ống nghiệm vào một tấm sứ trắng đã chứa sẵn 0,05 ml *dung dịch iod 0,02 N* (TT), thêm vào cạnh đó 0,05 ml *dung dịch amoniac 2 M* (TT). Sau 1 min đến 2 min, ở vòng tiếp xúc giữa hai dung dịch xuất hiện màu xanh lam dần dần thẫm lên và bền trong một thời gian ngắn.

Đối với các chế phẩm khó thủy phân, tiến hành theo chỉ dẫn ở trên, nhưng đun hỗn hợp từ từ tới sôi trên ngọn lửa, thay cho việc đun trong cách thủy.

Alcaloid

Hòa tan vài mg chế phẩm hoặc một lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận trong 5 ml *nước*, thêm *dung dịch acid hydrocloric 2 M* (TT) đến khi có phản ứng acid, thêm 1 ml *thuốc thử Dragendorff* (TT), xuất hiện tủa màu cam hay đỏ cam.

Amin thơm bậc nhất

Acid hóa một lượng dung dịch chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận bằng *dung dịch acid hydrocloric 2 M* (TT) hoặc hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 2 ml *dung dịch acid hydrocloric 2 M* (TT). Thêm 0,2 ml *dung dịch natri nitrit 10 %* (TT), sau 1 min đến 2 min thêm 1 ml *dung dịch 2-naphthol trong kiềm* (TT). Hỗn hợp có màu cam thẫm hay màu đỏ và thường có tủa cùng màu.

Amoni (muối)

A. Hòa tan khoảng 0,02 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc lấy một lượng dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 2 ml *dung dịch natri hydroxyd 2 M* (TT), đun nóng, sẽ xông ra khí có mùi đặc biệt và làm xanh giấy quỳ đỏ đã thấm nước.

B. Hòa tan khoảng 10 mg chế phẩm trong 5 ml *nước* hay một lượng dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 0,2 ml *thuốc thử Nessler* (TT), hỗn hợp có màu vàng hay tủa vàng nâu.

Arseniat

A. Đun cách thủy 5 ml dung dịch chế phẩm 5 % hoặc 5 ml dung dịch chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận với cùng thể tích *dung dịch hypophosphit* (TT) (thuốc thử Tilé), sẽ cho tủa màu nâu.

B. Hòa tan khoảng 0,10 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc lấy 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 1 ml *dung dịch bạc nitrat 2 %* (TT) sẽ tạo thành tủa màu nâu đỏ, tủa này tan khi thêm một lượng *dung dịch acid nitric loãng* (TT) hoặc một lượng *dung dịch amoniac*.

C. Hòa tan khoảng 0,20 g chế phẩm trong 5 ml *nước* hoặc lấy 5 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 5 ml *dung dịch amoni clorid* (TT), 1 ml *dung dịch amoniac* và vài giọt *dung dịch magnesi sulfat 5 %* (TT) sẽ cho tủa kết tinh trắng.

Arsenit

A. Phản ứng A trong mục arseniat.

B. Hòa tan khoảng 0,10 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc lấy 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml *dung dịch bạc nitrat 2 %* (TT) sẽ tạo thành tủa màu trắng hơi vàng, tủa này tan khi thêm một lượng *dung dịch amoniac* hoặc một lượng *dung dịch acid nitric loãng* (TT).

C. Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 2 ml *nước*, hoặc lấy 2 ml dung dịch chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 1 ml *dung dịch đồng sulfat* (TT), tủa màu xanh lục sẽ được tạo thành, tách tủa và đun với *dung dịch natri hydroxyd*, tủa sẽ chuyển thành màu nâu đỏ.

Bạc (muối)

A. Hòa tan khoảng 10 mg chế phẩm trong 5 ml *nước* hoặc lấy một lượng dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 3 giọt *dung dịch acid hydrocloric 10 %* (TT) sẽ xuất hiện tủa trắng lờn nhón, tủa này không tan trong *dung dịch acid nitric loãng* (TT) nhưng tan trong *dung dịch amoniac 6 M* (TT).

B. Hòa tan 20 mg chế phẩm trong 5 ml *nước* hoặc lấy một lượng dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 2 ml *dung dịch amoniac 6 M* (TT) và vài giọt *formaldehyd* (TT), đun nóng dung dịch sẽ có tủa bạc kim loại bám vào thành ống nghiệm (phản ứng tráng gương).

Barbiturat

A. Lấy khoảng 5 mg chế phẩm, hòa tan trong 3 ml *dung dịch cobalt (II) acetat 0,2 % trong methanol* (TT), thêm

20 mg đến 30 mg *natri tetraborat* (TT) đã được tán mịn, đun sôi sẽ xuất hiện màu xanh tím.

B. Barbiturat có hydro ở nhóm NH không bị thay thế: Hòa tan khoảng 5 mg chế phẩm trong 3 ml *methanol* (TT), thêm 0,1 ml dung dịch có chứa 10 % *cobalt (II) nitrat* (TT) và 10 % *calci clorid* (TT). Trộn đều, vừa lắc vừa thêm 0,1 ml dung dịch *natri hydroxyd 2 M* (TT) sẽ xuất hiện màu và tủa xanh tím.

Bari (muối)

A. Lấy một lượng dung dịch muối bari như chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm vài giọt dung dịch *acid sulfuric loãng* (TT) sẽ xuất hiện tủa trắng, tủa này không tan trong dung dịch *acid hydrocloric 10 %* (TT) và dung dịch *acid nitric loãng* (TT).

B. Dùng một dây bạch kim hoặc đũa thủy tinh lấy một lượng chất thử đốt trên ngọn lửa không màu, ngọn lửa sẽ nhuộm thành màu xanh lục hơi vàng, khi nhìn qua kính thủy tinh màu lục ngọn lửa sẽ có màu xanh lam.

Benzoat

A. Lấy 1 ml dung dịch trung tính 10 % chế phẩm trong nước hoặc một lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 0,5 ml dung dịch *sắt (III) clorid 10,5 %* (TT) sẽ xuất hiện tủa màu vàng thẫm, tủa này tan trong *ether* (TT).

B. Lấy khoảng 0,2 g chế phẩm hoặc một lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận vào một ống nghiệm, làm ấm bằng 0,2 ml đến 0,3 ml *acid sulfuric* (TT) và đun nóng nhẹ ở đáy ống nghiệm, sẽ có tinh thể màu trắng thăng hoa bám ở thành trong của ống.

C. Hòa tan 0,5 g chế phẩm trong 10 ml nước hoặc dùng 10 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 0,5 ml *acid hydrocloric* (TT), sẽ cho tủa. Kết tinh lại tủa trong nước ấm rồi làm khô dưới áp suất giảm, tủa thu được có nhiệt độ nóng chảy từ 120 °C đến 124 °C (Phụ lục 6.7).

Bismuth (muối)

A. Thêm 10 ml dung dịch *acid hydrocloric 10 %* (TT) vào 0,5 g chế phẩm hoặc dùng 10 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Đun sôi trong 1 min, để nguội rồi lọc nếu cần. Thêm 20 ml nước vào 1 ml dung dịch thu được ở trên, xuất hiện tủa trắng hay hơi vàng, tủa này sẽ chuyển thành nâu khi thêm 0,05 ml đến 0,1 ml dung dịch *natri sulfid* (TT).

B. Thêm 10 ml dung dịch *acid nitric 2 M* (TT) vào 40 mg đến 50 mg chế phẩm hoặc dùng 10 ml chế phẩm đã được xử lý theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Đun sôi trong 1 min, để nguội rồi lọc nếu cần. Thêm 2 ml dung dịch *thioure 10 %* (TT) vào 5 ml dịch lọc thu được ở trên, xuất hiện màu vàng da cam hay tủa da cam. Thêm 4 ml dung dịch *natri fluorid 2,5 %* (TT), dung dịch không được mất màu trong vòng 30 min.

Borat

A. Hòa tan khoảng 0,1 g chế phẩm vào 0,1 ml *acid sulfuric* (TT) trong một chén sứ, thêm 3 ml *methanol* (TT), trộn đều rồi châm lửa vào hỗn hợp, hỗn hợp cháy với ngọn lửa màu lục.

B. Lấy 5 ml dung dịch chế phẩm 10 %, thêm 0,5 ml dung dịch *acid hydrocloric loãng* (TT) và 0,5 ml *cồn nghệ* (TT), sẽ cho màu nâu; thêm 1 ml dung dịch *natri hydroxyd 10 %* (TT), màu nâu chuyển thành lam hay lục.

Bromid

A. Hòa tan một lượng chế phẩm có chứa khoảng 3 mg ion bromid trong 2 ml nước hoặc dùng 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Acid hóa bằng dung dịch *acid nitric loãng* (TT) và thêm 0,4 ml dung dịch *bạc nitrat 4 %* (TT). Lắc và để yên, có tủa màu vàng nhạt lớn dần tạo thành. Lọc lấy tủa, rửa tủa ba lần, mỗi lần với 1 ml nước. Phân tán tủa trong 2 ml nước, thêm 1,5 ml dung dịch *amoniac 10 M* (TT), tủa khó tan.

B. Hòa tan một lượng chế phẩm có chứa khoảng 5 mg ion bromid trong 2 ml nước hoặc lấy một lượng dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, acid hóa dung dịch bằng *acid sulfuric loãng* (TT), thêm 1 ml nước *clor* (TT) và 2 ml *cloroform* (TT), lắc. Lớp *cloroform* sẽ có màu đỏ đến màu nâu đỏ.

Carbonat và hydrocarbonat

A. Cho vào ống nghiệm khoảng 0,1 g chế phẩm, thêm 2 ml nước hoặc lấy 2 ml dung dịch chế phẩm đã được chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 2 ml dung dịch *acid acetic 2 M* (TT). Đậy ngay nút đã lắp sẵn một ống thủy tinh nhỏ uốn góc. Đun nhẹ ống nghiệm, khí thoát ra được dẫn vào một ống nghiệm khác có chứa sẵn 5 ml dung dịch *bão hòa calci hydroxyd* (TT), sao cho đầu ống thủy tinh nhỏ phải ngập trong dung dịch này, tủa trắng tạo thành, tủa này tan trong *acid hydrocloric* (TT) quá thừa.

B. Cho vào ống nghiệm khoảng 0,1 g chế phẩm, thêm 2 ml nước hoặc lấy 2 ml dung dịch chế phẩm đã được chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 2 ml dung dịch *magnesi sulfat* (TT), nếu là carbonat sẽ cho tủa trắng, nếu là hydrocarbonat sẽ không tạo tủa nhưng khi đun sôi cũng cho tủa trắng.

Calci (muối)

A. Lấy khoảng 20 mg chế phẩm hoặc một lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận, hòa tan trong 5 ml dung dịch *acid acetic 5 M* (TT), thêm 0,5 ml dung dịch *kali ferocyanid* (TT), dung dịch vẫn trong, thêm khoảng 50 mg *amoni clorid* (TT), tạo thành tủa kết tinh trắng.

B. Thêm vào dung dịch chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận vài giọt dung dịch *amoni oxalat 4 %* (TT), tạo thành tủa trắng, tủa này ít tan trong dung dịch *acid acetic 6 M* (TT), nhưng tan trong *acid hydrocloric* (TT).

Chì (muối)

A. Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 1 ml dung dịch *acid acetic 5 M* (TT) hoặc lấy 1 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 2 ml dung dịch *kali cromat 5 %* (TT), tủa vàng sẽ tạo thành, tủa này tan trong dung dịch *natri hydroxyd 10 M* (TT).

B. Hòa tan 50 mg chế phẩm trong 1 ml dung dịch *acid acetic 5 M* (TT) hoặc 1 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 10 ml nước và 0,2 ml dung dịch *kali*

iodid 10 % (TT), tựa màu vàng sẽ tạo thành; đun sôi 1 min đến 2 min cho tựa tan ra, để nguội, tựa lại xuất hiện có dạng những mảnh vàng lấp lánh.

Citrat

A. Hòa tan khoảng 0,1 g chế phẩm trong 2 ml nước, nếu cần có thể trung tính hóa dung dịch bằng amoniac (TT), hoặc dùng một lượng dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml dung dịch calci clorid 10 % (TT), dung dịch vẫn trong. Đun sôi dung dịch sẽ xuất hiện tựa trắng, tựa này tan trong dung dịch acid acetic 6 M (TT).

B. Hòa tan một lượng chế phẩm tương đương với khoảng 50 mg acid citric trong 5 ml nước hoặc lấy 5 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 0,5 ml acid sulfuric (TT), 1 ml dung dịch kali permanganat 5 % (TT) và đun nóng đến khi mất màu. Thêm 0,5 ml dung dịch natri nitroprusiat 10 % trong dung dịch acid sulfuric 1 M, 4 g acid sulfamic (TT) và từng giọt amoniac (TT) đến khi acid sulfamic tan hết, khi cho thừa amoniac, xuất hiện màu tím chuyển dần thành xanh tím.

Clorat

A. Thêm vài giọt acid sulfuric (TT) vào 0,1 g chế phẩm, có tiếng nổ lép lép và khí màu vàng lục bay ra.

B. Hòa tan khoảng 0,05 g chế phẩm trong 5 ml nước, thêm 0,5 ml dung dịch bạc nitrat 2 % (TT), không xuất hiện tựa. Khi thêm 2 giọt đến 3 giọt dung dịch natri nitrit (TT) và 2 giọt đến 3 giọt acid nitric loãng (TT), sẽ có tựa trắng tạo thành, tựa này tan trong dung dịch amoniac 6 M (TT).

Clorid

A. Hòa tan một lượng chế phẩm tương ứng với 2 mg ion clorid trong 2 ml nước hoặc dùng 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Acid hóa bằng dung dịch acid nitric 2 M (TT), thêm 0,4 ml dung dịch bạc nitrat 2 % (TT). Lắc và để yên, có tựa màu trắng, lờn nhờn tạo thành. Lọc lấy tựa, rửa tựa 3 lần, mỗi lần với 1 ml nước, phân tán tựa trong 2 ml nước và thêm 1,5 ml dung dịch amoniac 10 M (TT), tựa tan dễ dàng.

B. Cho vào ống nghiệm một lượng chế phẩm tương ứng khoảng từ 10 mg đến 20 mg ion clorid hay một lượng theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml dung dịch kali permanganat 5 % (TT) và 1 ml acid sulfuric (TT), đun nóng, sẽ giải phóng khí clor có mùi đặc biệt, khí này làm xanh giấy tím hồ tinh bột có kali iodid (TT) đã thấm nước.

Đồng (muối)

A. Hòa tan khoảng 10 mg chế phẩm trong 2 ml nước hoặc dùng 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm vài giọt dung dịch kali ferocyanid (TT), sẽ có tựa màu nâu đỏ không tan trong acid acetic (TT).

B. Hòa tan khoảng 10 mg chế phẩm trong 2 ml nước hoặc dùng 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm vài giọt dung dịch amoniac (TT), sẽ có tựa màu xanh lam nhạt, tựa này tan trong thuốc thử quá thừa tạo thành dung dịch màu xanh lam thẫm.

Ester

Lấy khoảng 30 mg chế phẩm, hoặc một lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 0,5 ml dung dịch chứa 7 % hydroxylamin hydroclorid (TT) trong methanol (TT) và 0,5 ml dung dịch kali hydroxyd 10 % trong ethanol (TT). Đun sôi, để nguội, acid hóa dung dịch bằng dung dịch acid hydrocloric 2 M (TT), rồi thêm vài giọt dung dịch sắt (III) clorid 1 %, sẽ xuất hiện màu đỏ hay màu đỏ có ánh lam.

Iodid

A. Hòa tan một lượng chế phẩm tương ứng khoảng 4 mg ion iodid trong 2 ml nước hoặc dùng 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Acid hóa bằng dung dịch acid nitric 2 M (TT), thêm 0,4 ml dung dịch bạc nitrat 4 % (TT). Lắc và để yên, có tựa màu vàng nhạt, lờn nhờn tạo thành. Lọc lấy tựa, rửa tựa 3 lần, mỗi lần với 1 ml nước. Phân tán tựa trong 2 ml nước, thêm 1,5 ml dung dịch amoniac 10 M (TT), tựa không tan.

B. Hòa tan một lượng chế phẩm tương ứng với 4 mg ion iodid trong 2 ml nước, hoặc dùng 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm vài giọt dung dịch sắt (III) clorid 3 % (TT), 2 giọt acid hydrocloric (TT), 1 ml cloroform (TT) và lắc, để yên. Lớp cloroform có màu tím.

Kali (muối)

A. Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 2 ml nước hoặc dùng 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml dung dịch natri carbonat 10 % (TT) rồi đun nóng, không tạo thành tựa. Thêm vào trong lúc nóng 0,05 ml dung dịch natri sulfid (TT), không tạo thành tựa. Làm nguội trong nước đá và thêm 1,5 ml dung dịch acid tartric 20 % (TT) và để yên, tạo thành tựa kết tinh màu trắng.

B. Hòa tan khoảng 40 mg chế phẩm trong 1 ml nước hoặc dùng 1 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml dung dịch acid acetic 2 M (TT) và 1 ml dung dịch natri cobaltinitrit 10 % (TT) mới pha, tạo thành tựa màu vàng hay da cam.

Kẽm (muối)

Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 5 ml nước hoặc dùng 5 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 0,2 ml dung dịch natri hydroxyd 10 M (TT), tạo thành tựa trắng, tựa này tan khi tiếp tục thêm 2 ml dung dịch natri hydroxyd 10 M (TT). Thêm 10 ml dung dịch amoni clorid 10 % (TT), dung dịch vẫn trong, thêm 0,1 ml dung dịch natri sulfid (TT), tựa bông trắng được tạo thành.

Lactat

Hòa tan một lượng chế phẩm tương ứng khoảng 5 mg acid lactic trong 5 ml nước, hoặc lấy 5 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml nước brom (TT) và 0,5 ml dung dịch acid sulfuric 1 M (TT). Đun trong cách thủy đến khi mất màu, thỉnh thoảng khuấy bằng đũa thủy tinh. Thêm 4 g amoni sulfat (TT) và trộn đều. Thêm từng giọt theo thành ống 0,2 ml dung dịch có chứa 10 % natri nitroprusiat (TT) trong dung dịch acid sulfuric 1 M

(chú ý không trộn) và 1 ml *amoniac đậm đặc (TT)*. Để yên 30 min, sẽ xuất hiện một vòng màu lục giữa bề mặt của hai chất lỏng.

Magnesi (muối)

Hòa tan khoảng 15 mg chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc lấy 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml *dung dịch amoniac 6 M (TT)*, tạo thành tủa trắng, tủa này tan khi thêm 1 ml *dung dịch amoni clorid (TT)*. Thêm 1 ml *dung dịch dinatri hydrophosphat 9 %*, sẽ có tủa kết tinh màu trắng.

Natri (muối)

A. Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc dùng 2 ml dung dịch đã được chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 2 ml *dung dịch kali carbonat 15 % (TT)* và đun đến sôi. Không được có tủa tạo thành. Thêm 4 ml *dung dịch kali pyroantimonat (TT)* và đun đến sôi. Để nguội trong nước đá, nếu cần cọ thành cốc bằng đĩa thủy tinh. Tủa trắng được tạo thành.

B. Dùng một dây bạch kim hay đĩa thủy tinh, lấy một hạt chất thử hay một giọt dung dịch chế phẩm, đưa vào ngọn lửa không màu, ngọn lửa sẽ nhuộm thành màu vàng.

Nhôm (muối)

Hòa tan khoảng 0,1 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc dùng 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm từng giọt *dung dịch amoniac (TT)* cho tới khi tạo tủa keo trắng, tủa này chuyển thành đỏ khi thêm vài giọt *dung dịch alizarin S (TT)*.

Nitrat

A. Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc dùng 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm từ từ 2 ml *acid sulfuric (TT)*, trộn và để nguội. Cho cẩn thận (không trộn) dọc theo thành ống nghiệm 1 ml *dung dịch sắt (II) sulfat 1,5 % (TT)*. Ở miền tiếp giáp giữa hai chất lỏng có một vòng màu nâu.

B. Trộn 0,1 ml *nitrobenzen (TT)* với 0,2 ml *acid sulfuric (TT)*, thêm một lượng chế phẩm đã tán nhỏ tương ứng với khoảng 1 mg ion nitrat hoặc một lượng dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận, để yên 5 min, làm lạnh trong nước đá vài min, vừa lắc vừa thêm từ từ 5 ml *nước*, sau đó 5 ml *dung dịch natri hydroxyd 10 M (TT)* và 5 ml *aceton (TT)*, lắc rồi để yên. Lớp chất lỏng ở trên có màu tím thẫm.

Oxalat

A. Hòa tan khoảng 0,1 g chế phẩm trong 5 ml *nước* hoặc dùng 5 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 0,5 ml *dung dịch calci clorid 10 % (TT)*, tủa màu trắng tạo thành, tủa tan trong acid vô cơ, không tan trong *dung dịch acid acetic 6 M (TT)*.

B. Hòa tan khoảng 0,1 g chế phẩm trong 5 ml *nước* hoặc dùng 5 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Acid hóa dung dịch bằng *dung dịch acid sulfuric 10 % (TT)*, dung dịch này sẽ làm mất màu *dung dịch kali permanganat 5 % (TT)* khi đun nóng.

Peroxyd

A. Nhỏ 1 giọt dung dịch chế phẩm vào 10 ml *dung dịch acid sulfuric 2 % (TT)*, thêm 2 ml *ether (TT)* và 1 giọt *dung dịch kali dicromat 5 % (TT)*, lắc, lớp ether có màu xanh.

B. Lấy 1 ml dung dịch chế phẩm, acid hóa nhẹ bằng *dung dịch acid sulfuric 10 % (TT)*, thêm từng giọt *dung dịch kali iodid (TT)*, sẽ giải phóng iod, làm xanh *hồ tinh bột (TT)*.

Phosphat

A. Hòa tan khoảng 50 mg chế phẩm trong 3 ml *nước* hoặc dùng 3 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Acid hóa dung dịch bằng *dung dịch acid nitric loãng (TT)*, thêm 2 ml *dung dịch amoni molybdat (TT)* sẽ hiện tủa màu vàng.

B. Hòa tan khoảng 0,1 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc dùng 2 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Trung tính hóa dung dịch bằng *dung dịch acid nitric loãng (TT)* hoặc *dung dịch natri hydroxyd (TT)*. Thêm 1 ml *dung dịch bạc nitrat 4 % (TT)* sẽ tạo tủa màu vàng, màu của tủa không thay đổi khi đun sôi, tủa tan khi thêm *dung dịch amoniac 10 M (TT)*.

Salicylat

A. Lấy 1 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 0,5 ml *dung dịch sắt (III) clorid 10,5 % (TT)*, xuất hiện màu tím, màu không bị mất khi thêm 0,1 ml *dung dịch acid acetic 5 M (TT)*.

B. Hòa tan khoảng 0,5 g chế phẩm trong 10 ml *nước* hoặc dùng 10 ml dung dịch theo chỉ dẫn của chuyên luận. Thêm 0,5 ml *acid hydrocloric (TT)*, sẽ xuất hiện tủa kết tinh màu trắng. Lọc lấy tủa, rửa tủa bằng *nước* đến phản ứng trung tính với giấy quỳ và làm khô trong bình hút ẩm có chứa *acid sulfuric (TT)*. Nhiệt độ nóng chảy của tủa từ 156 °C đến 161 °C (Phụ lục 6.7).

Sắt (II) (muối)

Hòa tan một lượng chế phẩm tương ứng với 10 mg sắt (II) trong 1 ml *nước*, hoặc dùng 1 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml *dung dịch kali fericyanid 5 % (TT)*, tủa màu xanh lam tạo thành, tủa này không tan trong *dung dịch acid hydrocloric 2 M (TT)*.

Sắt (III) (muối)

A. Hòa tan một lượng chế phẩm có chứa khoảng 0,1 mg sắt (III) trong 3 ml *nước* hoặc dùng 3 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml *dung dịch acid hydrocloric 2 M (TT)* và 1 ml *dung dịch kali thiocyanat (TT)*, dung dịch có màu đỏ. Dùng 2 ống nghiệm, cho vào mỗi ống 1 ml dung dịch thu được ở trên. Một ống cho thêm 5 ml *alcol amylic (TT)* hoặc *ether (TT)*, lắc và để yên, lớp dung môi có màu hồng. Cho vào ống nghiệm kia 3 ml *dung dịch thủy ngân (II) clorid 5 % (TT)*, màu đỏ sẽ biến mất.

B. Hòa tan một lượng chế phẩm tương ứng với 1 mg sắt (III) trong 1 ml *nước* hoặc dùng 1 ml dung dịch theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml *dung dịch kali ferocyanid (TT)* tủa màu xanh lam tạo thành, tủa này không tan trong *dung dịch acid hydrocloric 2 M (TT)*.

Silicat

Trong một chén nung bằng chì hay bằng bạch kim, dùng một sợi dây đồng trộn đều một lượng chất để thử với 10 mg *natri fluorid* (TT) và 0,2 ml *acid sulfuric đậm đặc* (TT). Đặt chén bằng một nắp nhựa dẻo trong, mỏng; dưới nắp nhựa có một giọt nước. Đun nóng nhẹ, sẽ thấy xuất hiện một vòng màu trắng xung quanh giọt nước.

Stibi (antimony, hợp chất)

Hòa tan bằng cách đun nóng nhẹ khoảng 10 mg chế phẩm trong 10 ml *dung dịch natri kali tartrat 5 %* và để nguội. Lấy 2 ml *dung dịch* này hoặc 2 ml *dung dịch* chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận, nhỏ vào đó từng giọt *dung dịch natri sulfid* (TT), tủa màu đỏ cam tạo thành, tủa này sẽ tan khi thêm *dung dịch natri hydroxyd 2 M* (TT).

Sulfat

A. Hòa tan 45 mg chế phẩm trong 5 ml *nước* hoặc dùng 5 ml *dung dịch* theo chỉ dẫn trong chuyên luận, thêm 1 ml *dung dịch acid hydrochloric 2 M* (TT) và 1 ml *dung dịch bari clorid 5 %* (TT), sẽ có tủa màu trắng tạo thành.

B. Thêm 0,1 ml *dung dịch iod 0,1 N* vào hỗn dịch thu được ở phản ứng trên, hỗn dịch có màu vàng (phân biệt với sulfit và dithionit) nhưng mất màu khi thêm từng giọt *dung dịch thiếc (II) clorid* (TT) (phân biệt với iodat). Đun sôi hỗn hợp, không được tạo thành tủa có màu (phân biệt với selenat và tungstat).

Sulfid

Hòa tan 0,1 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc dùng 2 ml *dung dịch* theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml *dung dịch acid hydrochloric 10 %* (TT), khí bay ra có mùi của hydrosulfid, khí này sẽ làm nâu hoặc đen *giấy tẩm dung dịch chì acetat* (TT) đã thấm *nước*.

Bisulfit và sulfit

A. Hòa tan khoảng 0,1 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc dùng 2 ml *dung dịch* theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml *dung dịch acid sulfuric 10 %* (TT). Đun nóng nhẹ, sẽ có khí lưu huỳnh dioxyd bay ra và làm đen *giấy tẩm dung dịch thủy ngân (II) nitrat* (TT).

B. Nhỏ từng giọt *dung dịch iod 0,1 N* vào *dung dịch* chế phẩm, màu của *dung dịch iod* sẽ mất.

Tartrat

A. Hòa tan khoảng 15 mg chế phẩm trong 5 ml *nước* hoặc dùng 5 ml *dung dịch* theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 0,05 ml *dung dịch sắt (II) sulfat 1 %* và 0,05 ml *dung dịch hydrogen peroxyd 10 tt* (TT); màu vàng không bền vững được tạo thành, sau khi màu vàng biến mất, thêm từng giọt *dung dịch natri hydroxyd 2 M* (TT), xuất hiện màu tím hay đỏ tía.

B. Lấy 0,1 ml *dung dịch* chế phẩm chứa khoảng 15 mg *acid tartric* trong 1 ml hoặc dùng 0,1 ml *dung dịch* theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 0,1 ml *dung dịch kali bromid 10 %* (TT), 0,1 ml *dung dịch resorcin 2 %* (TT) và 3 ml *acid sulfuric* (TT). Đun trên cách thủy 5 min đến 10 min sẽ

xuất hiện màu xanh lam thẫm. Để nguội và rót *dung dịch* vào *nước*, màu chuyển thành đỏ.

Thiosulfat

A. Hòa tan 0,10 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc dùng 2 ml *dung dịch* theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm vài giọt *dung dịch iod 0,1 N*, màu của iod biến mất.

B. Hòa tan 0,10 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc dùng 2 ml *dung dịch* theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm vài giọt *dung dịch acid hydrochloric 10 %* (TT), có tủa màu trắng dần chuyển thành màu vàng và có khí lưu huỳnh dioxyd bay ra làm đen *giấy tẩm dung dịch thủy ngân (II) nitrat* (TT).

C. Hòa tan 0,10 g chế phẩm trong 2 ml *nước* hoặc dùng 2 ml *dung dịch* theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm 1 ml *dung dịch bạc nitrat 4 %* (TT), tủa màu trắng xuất hiện, chuyển nhanh sang màu vàng rồi dần dần sang màu đen.

Thủy ngân (muối)

A. Nhỏ 2 giọt đến 3 giọt *dung dịch* thử lên một miếng *đồng phôi* (TT) đã được cọ sạch, sẽ xuất hiện vết hoen màu xám tối; vết này sáng ra khi được lau nhẹ. Đốt nóng *phôi đồng* đó trong ống nghiệm thì vết hoen sẽ mất.

B. Hòa tan khoảng 0,10 g chế phẩm trong 2 ml *nước*, nếu là thủy ngân oxyd thì hòa tan trong 2 ml *dung dịch acid hydrochloric 10 %* (TT), hoặc dùng 2 ml *dung dịch* theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Thêm từng giọt *dung dịch kali iodid* (TT) sẽ cho tủa màu đỏ, tủa tan trong thuốc thử quá thừa [đối với muối thủy ngân (II)].

Nếu là muối thủy ngân (I), khi thêm từng giọt *dung dịch kali iodid* (TT) sẽ cho tủa màu vàng, sau đó chuyển sang màu lục.

Nhóm xanthin

Trộn vài miligam chế phẩm hoặc lấy một lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận với 0,1 ml *dung dịch hydrogen peroxyd 100 tt* (TT) và 0,3 ml *dung dịch acid hydrochloric 2 M* (TT), đun trên cách thủy tới khô, sẽ có cặn màu đỏ hơi vàng, thêm 0,1 ml *dung dịch amoniac 2 M* (TT), màu của cặn sẽ chuyển thành tím đỏ.

8.2 ĐỊNH TÍNH CÁC PENICILIN

Phương pháp sắc ký lớp mỏng

Tiến hành phương pháp sắc ký lớp mỏng (Phụ lục 5.4), bản mỏng (pha tĩnh) là silica gel H đã được silan hoá.

Chấm riêng biệt lên bản mỏng 2 µl mỗi *dung dịch* sau:

Dung dịch 1: *Dung dịch* thử.

Dung dịch 2 và 3: Các *dung dịch* có chứa các chất đối chiếu tương ứng trong Bảng 8.2.

Sau khi triển khai sắc ký, để khô bản mỏng ngoài không khí, đặt bản mỏng vào bình có hơi iod cho đến khi xuất hiện các vết. Quan sát các vết dưới ánh sáng ban ngày. Trên sắc ký đồ, vết chính thu được của *dung dịch* (1) phải tương ứng về vị trí, màu sắc và kích thước với vết thu được của *dung dịch* (2). Đối với benzathin penicilin và procain penicilin,