

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*.

Bisulfít và sulfít

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,

dung dịch 1 phải có 2 vết chính tương ứng về vị trí, màu sắc và kích thước với 2 vết chính trên sắc ký đồ của dung dịch 2. Phép thử chỉ có giá trị khi đạt các yêu cầu được chỉ ra trong Bảng 8.2.

Các hệ dung môi khai triển (Pha động)

A: Hỗn hợp của *dung dịch amoni acetat 15,4 % (TT)* và *aceton (TT)* (70 : 30), được điều chỉnh tới pH 5,0 bằng *acid acetic khan (TT)* nếu như không có các chỉ dẫn khác trong bảng [A*: Điều chỉnh pH của pha động tới 7,0 bằng *amoniac (TT)*].

B: Hỗn hợp của *dung dịch amoni acetat 15,4 % (TT)* và *aceton (TT)* (90 : 10) được điều chỉnh tới pH 5,0 bằng *acid acetic khan (TT)*.

Dung môi

A: *Dung dịch natri hydrocarbonat 4,2 % (TT)*.

B: Hỗn hợp *aceton - methanol* (1 : 1).

C: *Methanol*.

D: *Nước*.

E: *Aceton* (E*: Dùng *nước* là dung môi cho dung dịch 3).

Yêu cầu đối với phép thử

A: Phép thử chỉ có giá trị khi trên sắc ký đồ dung dịch (3) tách ra 2 vết rõ ràng, riêng biệt.

B: Phép thử chỉ có giá trị khi trên sắc ký đồ dung dịch (2) tách ra 2 vết rõ ràng, riêng biệt.

C: Phép thử chỉ có giá trị khi trên sắc ký đồ dung dịch (3) tách ra 3 vết rõ ràng, riêng biệt.

Bảng 8.2 - Định tính các penicilin bằng phương pháp sắc ký lớp mỏng

Tên mẫu	Dung môi để hòa tan	Nồng độ %	Chất đối chiếu trong dung dịch 2	Chất đối chiếu trong dung dịch 3	Pha động	Yêu cầu đối với phép thử
Amoxycilin natri	A	0,25	Amoxycilin trihydrat	Amoxycilin trihydrat + Ampicilin trihydrat	B	A
Amoxycilin trihydrat	A	0,25	Amoxycilin trihydrat	Amoxycilin trihydrat + Ampicilin trihydrat	B	A
Ampicilin	A	0,25	Ampicilin khan	Ampicilin khan + Amoxycilin trihydrat	B	A
Ampicilin natri	A	0,25	Ampicilin trihydrat	Ampicilin trihydrat + Amoxycilin trihydrat	B	A
Ampicilin trihydrat	A	0,25	Ampicilin trihydrat	Ampicilin trihydrat + Amoxycilin trihydrat	B	A
Benzathin penicilin	C	0,5	Benzathin benzylpenicilin	—	A*	B
Benzylpenicilin kali	D	0,5	Benzylpenicilin kali	Benzylpenicilin kali + Phenoxymethylpenicilin kali	A	A
Benzylpenicilin natri	D	0,5	Benzylpenicilin natri	Benzylpenicilin natri + Phenoxymethylpenicilin kali	A	A
Cloxacilin natri	D	0,5	Cloxacilin natri	Cloxacilin natri + Dicloxacilin natri + Flucloxacilin natri	A	C
Dicloxacilin natri	D	0,5	Dicloxacilin natri	Cloxacilin natri + Dicloxacilin natri + Flucloxacilin natri	A	C
Flucloxacilin natri	D	0,5	Flucloxacilin natri	Cloxacilin natri + Dicloxacilin natri + Flucloxacilin natri	A	C
Phenoxymethylpenicilin	E*	0,5	Phenoxymethylpenicilin	Phenoxymethylpenicilin kali + Benzylpenicilin kali	A	A
Phenoxymethylpenicilin kali	D	0,5	Phenoxymethylpenicilin kali	Phenoxymethylpenicilin kali + Benzylpenicilin kali	A	A
Procaïn penicilin	E	0,5	Procaïn benzylpenicilin	—	A*	B