

Cân chính xác lượng chế phẩm đã chỉ dẫn cho vào bình nón nút mài dung tích 250 ml. Thêm 25,0 ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol (CD)* và vài viên bi thủy tinh. Lắp ống sinh hàn ngược và, trừ khi có chỉ dẫn khác, đun sôi 30 min trên cách thủy, thỉnh thoảng lắc. Thêm 1 ml *dung dịch phenolphthalein (TT₁)* và chuẩn độ ngay (khi dung dịch còn đang nóng) bằng *dung dịch acid hydrocloric 0,5 N (CD)*. Song song tiến hành một mẫu trắng.

Chỉ số xà phòng hóa của chế phẩm được tính theo công thức sau:

$$\text{Chỉ số xà phòng hóa} = \frac{28,05 \times (b - a)}{P}$$

Trong đó:

a là số ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol (CD)* đã dùng trong mẫu trắng;

b là số ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol (CD)* đã dùng trong mẫu thử;

P là lượng chế phẩm đem thử (g).

7.8 XÁC ĐỊNH CHẤT KHÔNG BỊ XÀ PHÒNG HÓA

Chất không bị xà phòng hóa, được tính bằng tỷ lệ phần trăm (kl/kl), là phần không bay hơi ở 100 °C đến 105 °C thu được khi chiết chế phẩm đã được xà phòng hóa với một dung môi hữu cơ.

Cách xác định

Dùng phương pháp 1, trừ khi có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng.

Phương pháp 1

Cân chính xác khoảng 2,0 g đến 2,5 g chế phẩm cho vào bình dung tích 250 ml, thêm 25 ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol (TT)* và đun sôi 1 h dưới ống sinh hàn ngược trên cách thủy, thỉnh thoảng lắc. Chuyển dung dịch sang bình gạn, tráng rửa bình với 50 ml *nước* và khi dung dịch còn đang ấm, chiết bằng cách lắc mạnh 3 lần, mỗi lần với 50 ml *ether không có peroxyd (TT)*, dùng 50 ml *ether* đầu để tráng rửa bình. Tập trung dịch chiết *ether* vào một bình gạn khác chứa sẵn 20 ml *nước*. Nếu dịch chiết *ether* có chứa các tiểu phân rắn lơ lửng, lọc qua giấy lọc loại không có chất béo, rồi rửa giấy lọc bằng *ether không có peroxyd (TT)*. Lắc nhẹ bình gạn trong vài phút, để yên cho tách lớp và loại bỏ lớp *nước*. Rửa dịch chiết *ether* bằng cách lắc mạnh 2 lần, mỗi lần với 20 ml *nước* và sau đó 3 lần, mỗi lần với 20 ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N (TT)*, lắc mạnh và rửa với 20 ml *nước* sau mỗi lần xử lý. Cuối cùng rửa nhiều lần, mỗi lần với 20 ml *nước*, cho đến khi *nước* rửa không còn phản ứng kiểm với *dung dịch phenolphthalein (TT₁)*. Chuyển dịch chiết *ether* vào một bình đã cân bì và tráng bình gạn bằng *ether không có peroxyd (TT)*. cất bay hơi *ether*, rồi thêm 3 ml *aceton (TT)*. Dùng luồng không khí nhẹ nhàng đuổi hết dung môi ra khỏi bình được ngâm ngập trong *nước* đang sôi, để nghiêng và quay tròn. Sấy bình đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ không quá 80 °C.

Hòa tan cân trong bình với 10 ml *ethanol 96 % (TT)* mới đun sôi và đã được trung tính với *dung dịch phenolphthalein (TT₁)*. Chuẩn độ bằng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol (CD)* với chỉ thị là *dung dịch phenolphthalein (TT₁)*. Nếu lượng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol (CD)* tiêu thụ không quá 0,1 ml, khối lượng cân cân được là lượng chất không bị xà phòng hóa. Tỷ lệ phần trăm chất không bị xà phòng hóa có trong chế phẩm.

Nếu lượng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol (CD)* tiêu thụ quá 0,1 ml, phải làm lại thí nghiệm.

Phương pháp 2

Cân chính xác lượng chế phẩm theo chỉ dẫn (P g) cho vào một bình dung tích 250 ml, thêm 50 ml *dung dịch kali hydroxyd 2 M trong ethanol (TT)* và đun 1 h dưới ống sinh hàn ngược trên cách thủy, thỉnh thoảng lắc. Làm nguội tới nhiệt độ dưới 25 °C và chuyển dung dịch sang một bình gạn, tráng rửa với 100 ml *nước*, rồi chiết cân thận 3 lần, mỗi lần với 100 ml *ether không có peroxyd (TT)*. Tập trung dịch chiết *ether* vào một bình gạn khác chứa sẵn 40 ml *nước*, lắc nhẹ vài phút, để yên cho tách lớp và loại bỏ lớp *nước*. Rửa dịch chiết *ether* 2 lần, mỗi lần với 40 ml *nước* và sau đó 3 lần, mỗi lần với 40 ml *dung dịch kali hydroxyd 3 % (TT)*, rửa với 40 ml *nước* sau mỗi lần xử lý. Cuối cùng rửa nhiều lần, mỗi lần với 40 ml *nước*, cho đến khi *nước* rửa không còn phản ứng kiểm với *dung dịch phenolphthalein (TT₁)*. Chuyển dung dịch *ether* vào bình đã cân bì, rửa bình gạn với *ether không có peroxyd (TT)*. Cất cân thận cho bay hơi hết *ether*, thêm 6 ml *aceton (TT)* vào cân. Dùng luồng khí nhẹ nhàng đuổi hết dung môi ra khỏi bình và sấy khô cân đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 100 °C đến 105 °C. Để nguội bình trong bình hút ẩm và cân xác định khối lượng cân (A g).

Tỷ lệ phần trăm chất không bị xà phòng hóa trong chế phẩm = 100 A/P

Hòa tan cân trong 20 ml *ethanol 96 % (TT)* đã được trung hòa trước với *dung dịch phenolphthalein (TT)* và chuẩn độ bằng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol (CD)*. Nếu lượng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol (CD)* tiêu thụ quá 0,2 ml, cân đã cân không được coi là chất không bị xà phòng hóa và phải làm lại thí nghiệm.

7.9 XÁC ĐỊNH LƯU HUỖN DIOXYD

Áp dụng phương pháp 2, trừ khi có chỉ dẫn khác.

Phương pháp 1

Dụng cụ: Bình cầu dung tích 1000 ml đến 1500 ml được lắp với sinh hàn ngược. Đầu trên của sinh hàn nối liền tiếp với hai ống hấp thụ, mỗi ống chứa 10 ml *dung dịch hydrogen peroxyd 20 tt (TT)* mới được trung hòa với *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CD)*, dùng *dung dịch xanh bromophenol (TT)* làm chỉ thị. Bình được lắp một vòi sục khí với đầu gần chạm đáy bình.