

Cách tiến hành:

Cho 500 ml nước và 20 ml acid hydrocloric (TT) vào bình. Sục luồng khí nitrogen hay carbon dioxyd đã đi qua dung dịch natri carbonat 10 % (TT), đun từ từ dung dịch trong bình cho đến sôi. Duy trì luồng khí sục, để dung dịch sôi trong khoảng 10 min, làm nguội bằng cách nhúng bình từ từ vào nước. Mở nắp, cho nhanh lượng chế phẩm đã cân (50 g đến 100 g) vào bình, đun nhẹ và để sôi trong 45 min. Tháo hai ống hấp thụ trước khi ngừng sục khí. Gộp dung dịch trong hai ống hấp thụ và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ).

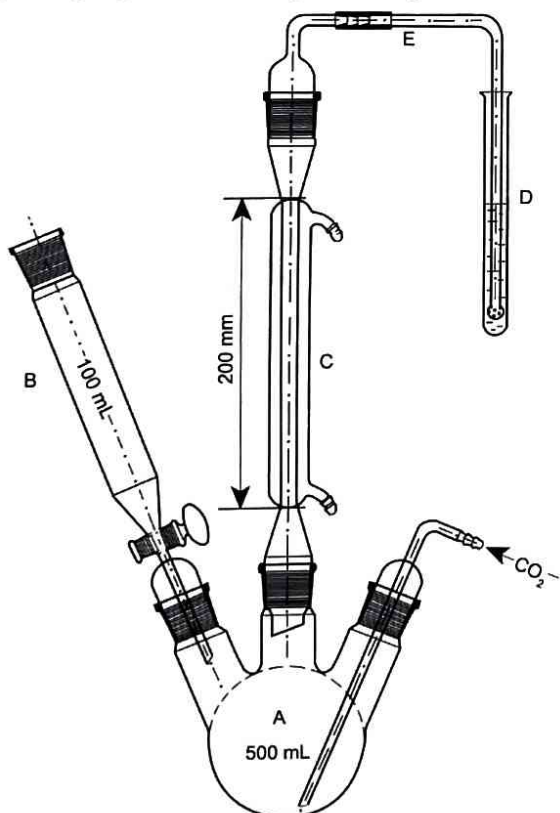
1 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ) tương đương với 3,203 mg SO₂.

Lặp lại phép thử trên, nhưng không có chế phẩm. Dung dịch trong ống hấp thụ vẫn phải trung tính.

Phương pháp 2

Cho 150 ml nước vào bình A (Hình 7.9.) và sục khí carbon dioxyd 15 min qua toàn bộ hệ thống với tốc độ 100 ml/min ± 5 ml/min. Lấy 10 ml dung dịch hydrogen peroxyd loãng (TT), thêm 0,15 ml dung dịch xanh bromophenol trong ethanol (TT). Thêm dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ) cho đến khi xuất hiện màu tím xanh (không vượt quá điểm tương đương) và chuyển dung dịch thu được vào ống nghiệm D.

Duy trì luồng khí sục carbon dioxyd, tháo bình gạn B ra và dùng 100 ml nước chuyển khoảng 25,0 g chế phẩm vào bình A. Qua bình gạn, cho 80 ml dung dịch acid hydrocloric 10 % (TT) vào bình A và đun sôi 1 h. Mở khóa bình gạn, ngừng sục khí, dừng đun nóng và nước sinh hàn.



Hình 7.9 - Dụng cụ xác định lưu huỳnh dioxyd

Dùng một ít nước chuyển dung dịch trong ống nghiệm D sang bình nón miệng rộng dung tích 200 ml. Đun 15 min trên cách thủy và để nguội. Thêm 0,1 ml dung dịch xanh bromophenol trong ethanol (TT) và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ) cho đến khi chuyển màu từ vàng sang xanh tím.

Song song tiến hành một mẫu trắng.

Hàm lượng lưu huỳnh dioxyd (phần triệu) được tính theo công thức sau:

$$32030 \times (V_1 - V_2) \times \frac{n}{m}$$

Trong đó:

V₁ là số ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ) đã dùng trong mẫu thử;

V₂ là số ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ) đã dùng trong mẫu trắng;

n là nồng độ đương lượng thực của dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CĐ);

m là lượng chế phẩm đem thử (g).

7.10 XÁC ĐỊNH CÁC CHẤT OXY HÓA

Cách xác định

Nếu không có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng, cân chính xác khoảng 4,0 g chế phẩm cho vào bình nón nút mài dung tích 125 ml, thêm 50,0 ml nước. Đậy nút và lắc 5 min. Chuyển sang ống nút mài dung tích 50 ml và ly tâm. Lấy 25,0 ml dung dịch trong ở trên cho vào bình nón nút mài dung tích 125 ml, thêm 1 ml acid acetic băng (TT) và 0,5 g đến 1,0 g kali iodid (TT). Đậy nút, lắc nhẹ và để yên 25 min đến 30 min trong chỗ tối. Thêm 1 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) và định lượng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (CĐ) cho đến khi dung dịch mất màu. Song song tiến hành một mẫu trắng.

1 ml dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (CĐ) tương ứng với 34 µg chất oxy hóa, tính theo H₂O₂.

Hàm lượng chất oxy hóa, tính theo H₂O₂, không được quá 0,002 % (kl/kl), trừ khi có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng.

7.11 XÁC ĐỊNH CARBON HỮU CƠ TOÀN PHẦN TRONG NƯỚC DÙNG CHO NGÀNH DƯỢC

Lượng carbon hữu cơ toàn phần (TOC) có trong nước dùng cho ngành dược được xác định bằng một phép định lượng gián tiếp các chất hữu cơ. Việc định lượng TOC cũng có thể được dùng để kiểm soát quá trình thực hiện các công đoạn khác nhau trong sản xuất thuốc.

Có nhiều phương pháp xác định TOC. Bởi vậy, thay vì đưa ra một kỹ thuật cụ thể, chuyên luận chung này chỉ mô tả các quy trình được sử dụng để đánh giá phương pháp đã chọn và xử lý kết quả trong các phép thử giới hạn. Một dung dịch chuẩn được phân tích sau những khoảng thời