

PHỤ LỤC 7

7.1 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ ACETYL

Chỉ số acetyl là số miligam kali hydroxyd cần thiết để trung hòa acid acetic được giải phóng sau khi thủy phân 1 g chế phẩm đã acetyl hóa.

Cách xác định

a) Xác định chỉ số xà phòng hóa của chế phẩm theo Phụ lục 7.7.

b) Acetyl hóa chế phẩm theo phương pháp sau: Lấy 10 g chế phẩm cho vào bình Kjeldahl dung tích 200 ml, thêm 20 ml *anhydrid acetic* (TT). Lắp ống sinh hàn ngược dùng nguồn làm lạnh là không khí. Đặt bình trên tấm lưới phủ chất chịu nhiệt có khoét một lỗ tròn đường kính 4 cm. Đun sôi nhẹ trong 2 h bằng ngọn lửa nhỏ có chiều cao không quá 25 mm và được điều chỉnh để lửa không chạm vào đáy bình. Để nguội, rót vào một cốc to chứa sẵn 600 ml nước, thêm 0,2 g *đá bọt* (TT) và đun sôi 30 min. Làm nguội, chuyển sang bình gạn và gạn bỏ lớp dưới. Rửa chế phẩm đã acetyl hóa ít nhất 3 lần, mỗi lần với 50 ml *dung dịch natri clorid bão hòa* (TT) ấm, cho đến khi nước rửa không còn phản ứng acid với giấy quỳ. Cuối cùng, lắc với 20 ml nước ấm và loại thật kiệt nước. Rót chế phẩm đã acetyl hóa vào một bát sứ nhỏ, thêm 1 g *natri sulfat khan* (TT), khuấy kỹ rồi lọc qua giấy lọc khô gấp nếp.

c) Xác định chỉ số xà phòng hóa của chế phẩm đã acetyl hóa theo Phụ lục 7.7.

d) Tính chỉ số acetyl của chế phẩm theo công thức sau:

$$\text{Chỉ số acetyl} = \frac{(b - a) \times 1335}{1335 - a}$$

Trong đó:

a là chỉ số xà phòng hóa của chế phẩm chưa acetyl hóa;

b là chỉ số xà phòng hóa của chế phẩm đã acetyl hóa.

7.2 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ ACID

Chỉ số acid là số miligam kali hydroxyd cần thiết để trung hòa các acid tự do chứa trong 1 g chế phẩm.

Cách xác định

Nếu không có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng, cân chính xác khoảng 10 g chế phẩm, thêm 50 ml hỗn hợp đồng thể tích *ethanol 96 %* (TT) và *ether* (TT) đã được trung hòa trước với *dung dịch kali hydroxyd 0,1 N* (CD) hoặc *natri hydroxyd 0,1 N* (CD), dùng 0,5 ml *dung dịch phenolphthalein* (TT) làm chỉ thị. Lắc để chế phẩm tan hoàn toàn. Nếu chế phẩm khó tan, có thể đun hồi lưu trên cách thủy. Chuẩn độ bằng *dung dịch kali hydroxyd 0,1 N* (CD), lắc liên tục cho đến khi xuất hiện màu hồng bền vững trong 15 s.

Tính chỉ số acid của chế phẩm theo công thức sau:

$$\text{Chỉ số acid} = \frac{5,610 \times a}{P}$$

Trong đó:

a là số ml *dung dịch kali hydroxyd 0,1 N* (CD) đã dùng;

P là lượng chế phẩm đem thử (g).

7.3 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ ESTER

Chỉ số ester là số miligam kali hydroxyd cần thiết để xà phòng hóa các ester có trong 1 g chế phẩm.

Cách xác định

a) Xác định chỉ số xà phòng hóa của chế phẩm theo Phụ lục 7.7.

b) Xác định chỉ số acid của chế phẩm theo Phụ lục 7.2.

Tính chỉ số ester bằng cách lấy chỉ số xà phòng hóa trừ đi chỉ số acid của chế phẩm.

7.4 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ HYDROXYL

Chỉ số hydroxyl là số miligam kali hydroxyd cần thiết để trung hòa acid tổ hợp do acyl hóa 1 g chế phẩm.

Cách xác định

Sử dụng phương pháp A, trừ khi có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng.

Phương pháp A

Nếu không có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng, cân chính xác một lượng chế phẩm (theo chỉ dẫn trong Bảng 7.4) cho vào bình acetyl hóa dung tích 150 ml có lắp ống sinh hàn ngược dùng nguồn làm lạnh là không khí, thêm lượng *thuốc thử pyridin - anhydrid acetic* (TT) tương ứng. Đun sôi 1 h trong cách thủy, điều chỉnh để mực nước cao hơn mực chất lỏng trong bình khoảng 2,5 cm. Lấy bình cùng ống sinh hàn ra khỏi nồi cách thủy, để nguội, dùng 5 ml nước rửa ống sinh hàn. Nếu hỗn hợp bị đục, thêm *pyridin* (TT) vừa đủ để làm trong. Ghi lại số ml *pyridin* (TT) đã thêm. Lắc và đun lại trong cách thủy 10 min nữa, rồi lấy ra, để nguội. Rửa ống sinh hàn và thành bình với 5 ml *ethanol 96 %* (TT) đã trung tính trước với *dung dịch phenolphthalein* (TT). Chuẩn độ bằng *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol* (CD), dùng 0,2 ml *dung dịch phenolphthalein* (TT). Song song tiến hành một mẫu trắng. Tính chỉ số hydroxyl của chế phẩm theo công thức sau:

$$\text{Chỉ số hydroxyl} = \frac{(b - a) \times 28,05}{P} + \text{chỉ số acid}$$

Trong đó:

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

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

P là lượng chế phẩm đem thử (g).