

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

- Xác định chỉ số xà phòng hóa của chế phẩm theo Phụ lục 7.7.
- 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.
- Xác định chỉ số xà phòng hóa của chế phẩm đã acetyl hóa theo Phụ lục 7.7.
- Tính chỉ số acetyl của chế phẩm theo công thức sau:

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

Trong đó:

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

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

- Xác định chỉ số xà phòng hóa của chế phẩm theo Phụ lục 7.7.
- 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:

- là số ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol* (CD) đã dùng trong mẫu thử;
- là số ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol* (CD) đã dùng trong mẫu trắng;
- là lượng chế phẩm đem thử (g).

Bảng 7.4 - Lượng chế phẩm và lượng thuốc thử tương ứng

Chỉ số hydroxyl	Lượng chế phẩm cần lấy (g)	Lượng thuốc thử Pyridin - anhydrid acetic (ml)
10 - 100	2,0	5,0
100 - 150	1,5	5,0
150 - 200	1,0	5,0
200 - 250	0,75	5,0
250 - 300	0,60 hay 1,20	5,0 hay 10,0
300 - 350	1,0	10,0
350 - 700	0,75	15,0
700 - 950	0,5	15,0

Phương pháp B

Cho lượng chế phẩm đã chỉ dẫn vào bình nón nút mài hoàn toàn khô dung tích 5 ml, thêm 2 ml thuốc thử anhydrid propionic (TT). Đậy nút và lắc nhẹ nhàng cho đến khi chế phẩm tan hoàn toàn. Để yên trong 2 h. Nếu không có chỉ dẫn khác, mở nắp, cho cả bình vào một bình nón rộng miệng dung tích 500 ml, có chứa sẵn 25,0 ml dung dịch anilin trong cyclohexan (TT) và 30 ml acid acetic băng (TT). Lắc tròn, để yên 5 min và chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric 0,1 N (CD) cho đến màu xanh ngọc, dùng 0,05 ml dung dịch tím tinh thể (TT) làm chỉ thị. Song song tiến hành một mẫu trắng.

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

$$\text{Chỉ số hydroxyl} = \frac{(b - a) \times 5,610}{P}$$

Trong đó:

a là số ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CD) đã dùng trong mẫu thử;

b là số ml dung dịch acid perchloric 0,1 N (CD) đã dùng trong mẫu trắng;

P là lượng chế phẩm đem thử (g).

Xác định hàm lượng (%) nước trong chế phẩm (A) theo Phụ lục 10.3. Tính chỉ số hydroxyl hiệu chỉnh theo công thức sau:

Chỉ số hydroxyl hiệu chỉnh = Chỉ số hydroxyl - $31,1 \times A$.

7.5 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ IOD

Chỉ số iod là số gam halogen, tính theo iod, kết hợp với 100 g chế phẩm trong những điều kiện quy định.

Cách xác định

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

Phương pháp iod bromid

Nếu không có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng, lấy lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong Bảng 7.5 để thử.

Bảng 7.5 - Lượng chế phẩm cần lấy

Chỉ số iod	Lượng chế phẩm cần lấy (g)
Dưới 20	1,0
20 - 60	0,5 đến 0,25
60 - 100	0,25 - 0,15
Trên 100	0,15 - 0,10

Cân lượng chế phẩm đã chỉ dẫn, cho vào bình nón nút mài đã được làm khô hoặc được tráng bằng acid acetic băng (TT), nếu không chỉ dẫn khác, hòa tan trong 15 ml cloroform (TT). Thêm từ từ 25,0 ml dung dịch iod bromid (TT), đậy nút, nếu không có chỉ dẫn khác, để yên trong chỗ tối 30 min, thỉnh thoảng lắc. Thêm 10 ml dung dịch kali iodid 10 % (TT) và 100 ml nước cất. Chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD), lắc mạnh cho đến khi dung dịch có màu vàng nhạt, thêm 5 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) và tiếp tục chuẩn độ chậm cho đến khi dung dịch mất màu. Song song tiến hành một mẫu trắng.

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

$$\text{Chỉ số iod} = \frac{1,269 \times (b - a)}{P}$$

Trong đó:

a là số ml dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD) đã dùng trong mẫu thử;

b là số ml dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD) dùng trong mẫu trắng;

P là lượng chế phẩm đem thử (g).

Phương pháp iod monoclorid

Nếu chuyên luận quy định dùng bình định lượng iod, trừ khi có chỉ dẫn khác, dùng loại bình dung tích 250 ml và đáp ứng các tiêu chuẩn quốc gia.

Hòa tan lượng chế phẩm đã chỉ dẫn với 10 ml dicloromethan (TT) trong một bình định lượng iod khô. Thêm 20 ml dung dịch iod monoclorid (TT). Đậy nút đã được làm ướt với dung dịch kali iodid 10 % (TT), để yên 30 min trong chỗ tối ở nhiệt độ 15 °C đến 25 °C. Nhỏ 15 ml dung dịch kali iodid 10 % (TT) lên miệng bình và cẩn thận mở nút. Rửa nút, miệng và thành bình với 100 ml nước, lắc đều. Chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD), lắc mạnh cho đến khi dung dịch có màu vàng nhạt, thêm 0,5 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) và tiếp tục chuẩn độ chậm cho đến khi dung dịch mất màu. Song song tiến hành một mẫu trắng.

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

$$\text{Chỉ số iod} = \frac{1,269 \times (b - a)}{P}$$

Trong đó:

a là số ml dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD) đã dùng trong mẫu thử;

b là số ml dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD) dùng trong mẫu trắng;

P là lượng chế phẩm đem thử (g).