

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).

Có thể tính lượng chế phẩm đem thử (g) bằng cách lấy 20 chia cho chỉ số iod lý thuyết cao nhất của chế phẩm. Nếu mẫu thử tiêu thụ quá nửa lượng thuốc thử iod monoclorid cho vào, phải làm lại thí nghiệm với lượng chế phẩm nhỏ hơn.

7.6 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ PEROXYD

Chỉ số peroxyd là số mili đương lượng gam oxygen hoạt tính biểu thị lượng peroxyd chứa trong 1000 g chế phẩm khi được xác định theo các phương pháp dưới đây.

Cách xác định

Sử dụng phương pháp A, khi chuyên luận riêng không quy định phương pháp thử.

Phương pháp A

Cân 5,00 g chế phẩm cho vào bình nón nút mài dung tích 250 ml, thêm 30 ml hỗn hợp gồm 3 thể tích acid acetic băng (TT) và 2 thể tích cloroform (TT), lắc cho tan và thêm 0,5 ml dung dịch kali iodid bão hòa (TT). Lắc đúng 1 min, thêm 30 ml nước. Chuẩn độ chậm bằng dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CD), liên tục lắc mạnh, cho đến khi màu vàng gần như biến mất. Thêm 0,5 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) và tiếp tục chuẩn độ, lắc mạnh, đến khi dung dịch mất màu.

Song song tiến hành một mẫu trắng. Lượng dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CD) đã dùng trong mẫu trắng không được vượt quá 0,1 ml.

Chỉ số peroxyd của chế phẩm được tính theo công thức sau:

Chỉ số peroxyd = $\frac{(a - b) \times 10}{P}$

Trong đó:

a là số ml dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CD) đã dùng trong mẫu thử;

b là số ml dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CD) đã dùng trong mẫu trắng;

P là lượng chế phẩm đem thử (g).

Phương pháp B

Tiến hành thử trong điều kiện tránh ánh sáng.

Cân chính xác một lượng chế phẩm (theo chỉ dẫn trong Bảng 7.6.) cho vào bình nón nút mài dung tích 250 ml, thêm 50 ml hỗn hợp gồm 3 thể tích acid acetic băng (TT) và 2 thể tích trimethylpentan (TT). Đậy nút, lắc cho tan và thêm 0,5 ml dung dịch kali iodid bão hòa (TT). Đậy nút, để yên dung dịch trong (60 ± 1) s. Tiếp tục lắc mạnh, rồi thêm 30 ml nước. Chuẩn độ chậm bằng dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CD), liên tục lắc mạnh cho đến khi màu vàng gần như biến mất. Thêm 0,5 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) và tiếp tục chuẩn độ, liên tục lắc mạnh, nhất là gần điểm kết thúc để giải phóng hết iod ra khỏi lớp dung môi. Thêm từng giọt dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CD) cho đến khi mất màu lam.

Bảng 7.6 - Lượng chế phẩm cần lấy

Chỉ số peroxyd	Lượng chế phẩm cần lấy (g)
0 - 12	2,00 - 5,00
12 - 20	1,20 - 2,00
20 - 30	0,80 - 1,20
30 - 50	0,50 - 0,80
50 - 90	0,30 - 0,50

Tùy thuộc vào lượng dung dịch natri thiosulfat 0,01 N (CD) đã sử dụng, nếu cần có thể thay thế bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD).

Ghi chú: Đối với chỉ số peroxyd ≥ 70, khi chuẩn độ đến dung dịch có màu vàng nhạt, chờ 15 s đến 30 s mới thêm dung dịch hồ tinh bột (TT), do trimethylpentan có xu hướng nổi lên bề mặt lớp nước và đây là thời gian cần thiết để trộn dung môi với dung dịch định lượng, đồng thời giải phóng hết iod. Nên dùng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CD) khi chỉ số peroxyd lớn hơn 150. Có thể cho lượng nhỏ dung dịch chất nhũ hóa cân bằng ưa nước/ưa dầu cao (như polysorbat 60) 0,5 % đến 1,0 % (kl/kl) vào hỗn hợp phản ứng để làm chậm sự tách pha và đẩy nhanh thời gian giải phóng iod.

Song song tiến hành một mẫu trắng. Nếu lượng dung dịch natri thiosulfat dùng trong mẫu trắng vượt quá 0,1 ml, thay các thuốc thử tinh khiết và tiến hành thử nghiệm lại.

Chỉ số peroxyd của chế phẩm được tính theo công thức sau:

Chỉ số peroxyd = $\frac{(a - b) \times 1000 \times c}{P}$

Trong đó:

a là số ml dung dịch natri thiosulfat đã dùng trong mẫu thử;

b là số ml dung dịch natri thiosulfat đã dùng trong mẫu trắng;

c là nồng độ đương lượng của dung dịch natri thiosulfat;

P là lượng chế phẩm đem thử (g).

7.7 XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ XÀ PHÒNG HÓA

Chỉ số xà phòng hóa là số mili gam kali hydroxyd cần thiết để trung hòa các acid tự do và để xà phòng hóa các ester chứa trong 1 g chất thử.

Cách xác định

Nếu không có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng, lấy lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong Bảng 7.7 để thử.

Bảng 7.7 - Lượng chế phẩm cần lấy

Chỉ số xà phòng hóa	Lượng chế phẩm cần lấy (g)
3 - 10	12,0 - 15,0
10 - 40	8,0 - 12,0
40 - 60	5,0 - 8,0
60 - 100	3,0 - 5,0
100 - 200	2,5 - 3,0
200 - 300	1,0 - 2,0
300 - 400	0,5 - 1,0