

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