

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

Cân chính xác lượng chế phẩm đã chỉ dẫn cho vào bình nón nút mài dung tích 250 ml. Thêm 25,0 ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol (CD)* và vài viên bi thủy tinh. Lắp ống sinh hàn ngược và, trừ khi có chỉ dẫn khác, đun sôi 30 min trên cách thủy, thỉnh thoảng lắc. Thêm 1 ml *dung dịch phenolphthalein (TT)* và chuẩn độ ngay (khi dung dịch còn đang nóng) bằng *dung dịch acid hydrocloric 0,5 N (CD)*. Song song tiến hành một mẫu trắng.

Chỉ số xà phòng hóa của chế phẩm được tính theo công thức sau:

$$\text{Chỉ số xà phòng hóa} = \frac{28,05 \times (b - a)}{P}$$

Trong đó:

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

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

P là lượng chế phẩm đem thử (g).

7.8 XÁC ĐỊNH CHẤT KHÔNG BỊ XÀ PHÒNG HÓA

Chất không bị xà phòng hóa, được tính bằng tỷ lệ phần trăm (kl/kl), là phần không bay hơi ở 100 °C đến 105 °C thu được khi chiết chế phẩm đã được xà phòng hóa với một dung môi hữu cơ.

Cách xác định

Dùng phương pháp 1, trừ khi có chỉ dẫn khác trong chuyên luận riêng.

Phương pháp 1

Cân chính xác khoảng 2,0 g đến 2,5 g chế phẩm cho vào bình dung tích 250 ml, thêm 25 ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N trong ethanol (TT)* và đun sôi 1 h dưới ống sinh hàn ngược trên cách thủy, thỉnh thoảng lắc. Chuyển dung dịch sang bình gạn, tráng rửa bình với 50 ml *nước* và khi dung dịch còn đang ấm, chiết bằng cách lắc mạnh 3 lần, mỗi lần với 50 ml *ether không có peroxyd (TT)*, dùng 50 ml *ether* đầu để tráng rửa bình. Tập trung dịch chiết *ether* vào một bình gạn khác chứa sẵn 20 ml *nước*. Nếu dịch chiết *ether* có chứa các tiểu phân rắn lơ lửng, lọc qua giấy lọc loại không có chất béo, rồi rửa giấy lọc bằng *ether không có peroxyd (TT)*. Lắc nhẹ bình gạn trong vài phút, để yên cho tách lớp và loại bỏ lớp *nước*. Rửa dịch chiết *ether* bằng cách lắc mạnh 2 lần, mỗi lần với 20 ml *nước* và sau đó 3 lần, mỗi lần với 20 ml *dung dịch kali hydroxyd 0,5 N (TT)*, lắc mạnh và rửa với 20 ml *nước* sau mỗi lần xử lý. Cuối cùng rửa nhiều lần, mỗi lần với 20 ml *nước*, cho đến khi *nước* rửa không còn phản ứng kiểm với *dung dịch phenolphthalein (TT)*. Chuyển dịch chiết *ether* vào một bình đã cân bì và tráng bình gạn bằng *ether không có peroxyd (TT)*. cất bay hơi *ether*, rồi thêm 3 ml *aceton (TT)*. Dùng luồng không khí nhẹ nhàng đuổi hết dung môi ra khỏi bình được ngâm ngập trong *nước* đang sôi, để nghiêng và quay tròn. Sấy bình đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ không quá 80 °C.

Hòa tan cân trong bình với 10 ml *ethanol 96 % (TT)* mới đun sôi và đã được trung tính với *dung dịch phenolphthalein (TT)*. Chuẩn độ bằng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol (CD)* với chỉ thị là *dung dịch phenolphthalein (TT)*. Nếu lượng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol (CD)* tiêu thụ không quá 0,1 ml, khối lượng cân cân được là lượng chất không bị xà phòng hóa. Tỷ lệ phần trăm chất không bị xà phòng hóa có trong chế phẩm.

Nếu lượng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol (CD)* tiêu thụ quá 0,1 ml, phải làm lại thí nghiệm.

Phương pháp 2

Cân chính xác lượng chế phẩm theo chỉ dẫn (P g) cho vào một bình dung tích 250 ml, thêm 50 ml *dung dịch kali hydroxyd 2 M trong ethanol (TT)* và đun 1 h dưới ống sinh hàn ngược trên cách thủy, thỉnh thoảng lắc. Làm nguội tới nhiệt độ dưới 25 °C và chuyển dung dịch sang một bình gạn, tráng rửa với 100 ml *nước*, rồi chiết cân thận 3 lần, mỗi lần với 100 ml *ether không có peroxyd (TT)*. Tập trung dịch chiết *ether* vào một bình gạn khác chứa sẵn 40 ml *nước*, lắc nhẹ vài phút, để yên cho tách lớp và loại bỏ lớp *nước*. Rửa dịch chiết *ether* 2 lần, mỗi lần với 40 ml *nước* và sau đó 3 lần, mỗi lần với 40 ml *dung dịch kali hydroxyd 3 % (TT)*, rửa với 40 ml *nước* sau mỗi lần xử lý. Cuối cùng rửa nhiều lần, mỗi lần với 40 ml *nước*, cho đến khi *nước* rửa không còn phản ứng kiểm với *dung dịch phenolphthalein (TT)*. Chuyển dung dịch *ether* vào bình đã cân bì, rửa bình gạn với *ether không có peroxyd (TT)*. Cất cân thận cho bay hơi hết *ether*, thêm 6 ml *aceton (TT)* vào cân. Dùng luồng khí nhẹ nhàng đuổi hết dung môi ra khỏi bình và sấy khô cân đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ 100 °C đến 105 °C. Để nguội bình trong bình hút ẩm và cân xác định khối lượng cân (A g).

Tỷ lệ phần trăm chất không bị xà phòng hóa trong chế phẩm = 100 A/P

Hòa tan cân trong 20 ml *ethanol 96 % (TT)* đã được trung hòa trước với *dung dịch phenolphthalein (TT)* và chuẩn độ bằng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol (CD)*. Nếu lượng *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N trong ethanol (CD)* tiêu thụ quá 0,2 ml, cân đã cân không được coi là chất không bị xà phòng hóa và phải làm lại thí nghiệm.

7.9 XÁC ĐỊNH LƯU HUỖN DIOXYD

Áp dụng phương pháp 2, trừ khi có chỉ dẫn khác.

Phương pháp 1

Dụng cụ: Bình cầu dung tích 1000 ml đến 1500 ml được lắp với sinh hàn ngược. Đầu trên của sinh hàn nối liền tiếp với hai ống hấp thụ, mỗi ống chứa 10 ml *dung dịch hydrogen peroxyd 20 tt (TT)* mới được trung hòa với *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N (CD)*, dùng *dung dịch xanh bromophenol (TT)* làm chỉ thị. Bình được lắp một vòi sục khí với đầu gần chạm đáy bình.