

hệ số $\bar{x}_\lambda$, $\bar{y}_\lambda$, $\bar{z}_\lambda$ cho nguồn sáng chuẩn C của CIE để tính toán ba giá trị kích thích với hệ số kết hợp màu $L^* = 100$; $a^* = 0$ và $b^* = 0$.

Phép đo đối chiếu có thể sử dụng hệ số kết hợp màu của nước hoặc của các dung dịch đối chiếu mới pha theo được điện, hoặc sử dụng các hệ số kết hợp màu tương ứng được lưu trữ trong cơ sở dữ liệu của nhà sản xuất thiết bị, nếu các dữ liệu này được đo trong cùng điều kiện.

Nếu dung dịch thử không trong suốt, cần lọc hoặc ly tâm lấy dịch trong. Nếu dung dịch thử không được lọc hay ly tâm, mức độ đục cần được báo cáo với kết quả. Cần tránh tạo bọt khí hoặc loại bọt khí nếu có.

Phương pháp dụng cụ được sử dụng để so sánh 2 dung dịch về màu sắc, sự khác biệt màu hay sự sai lệch so với một màu xác định. Tính toán sự khác biệt màu (ΔE^*_{tr}) giữa dung dịch thử (t) và dung dịch đối chiếu (r) theo công thức sau:

$$\Delta E^*_{tr} = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

trong đó ΔL^* , Δa^* và Δb^* là khác biệt của các hệ số kết hợp màu.

Có thể sử dụng các hệ số kết hợp màu CIE LCh thay cho các hệ số kết hợp màu CIE Lab.

Xác định vị trí trong không gian màu $L^*a^*b^*$

Các thiết bị có thể cung cấp thông tin về vị trí thực của dung dịch thử trong không gian màu $L^*a^*b^*$. Sử dụng thuật toán phù hợp, có thể cho biết mức độ tương ứng về màu của dung dịch thử với dãy dung dịch màu đối chiếu của Dược điển (ví dụ: “dung dịch thử tương đương với dung dịch đối chiếu XY”, “dung dịch thử gần với dung dịch đối chiếu XY”, hay “dung dịch thử nằm giữa các dung dịch đối chiếu XY và XZ”).

9.4 XÁC ĐỊNH GIỚI HẠN CÁC TẠP CHẤT

9.4.1 Amoni

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

Phương pháp A

Hòa tan một lượng chế phẩm thử như chỉ dẫn trong chuyên luận với 14 ml nước trong một ống nghiệm có nút mài, kiểm tra nếu cần bằng dung dịch natri hydroxyd 2 M (TT), thêm nước vừa đủ 15 ml. Thêm 0,3 ml dung dịch kali tetraiodomercurat kiềm (TT), lắc đều rồi để yên 5 min. So sánh màu tạo thành trong ống thử với màu mẫu được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện như dung dịch thử. Màu mẫu: Lấy chính xác 10 ml dung dịch amoni mẫu 1 phần triệu NH_4 (TT) cho vào một ống nghiệm, pha loãng với nước thành 15 ml. Thêm 0,3 ml dung dịch kali tetraiodomercurat kiềm (TT), lắc đều rồi để yên 5 min.

Khi so màu, quan sát dọc theo trục ống nghiệm, dưới ánh sáng khuếch tán trên nền trắng. Màu vàng xuất hiện trong ống thử không được đậm hơn màu trong ống mẫu.

Phương pháp B

Cho một lượng chế phẩm (theo chỉ dẫn trong chuyên luận riêng) đã nghiền mịn vào một bình 25 ml có nút đẩy bằng polyetylen và hòa tan hoặc phân tán trong 1 ml nước. Thêm 0,3 g magnesi oxyd nặng (TT). Đậy bình ngay sau khi đã đặt xuống dưới nắp polyetylen một mẫu giấy tẩm mangan bạc (TT) hình vuông có cạnh 5 mm đã được làm ẩm bằng vài giọt nước. Lắc xoay tròn bình, tránh chất lỏng bắn lên và để yên ở 40 °C trong 30 min.

Màu xám nếu xuất hiện trên mẫu giấy tẩm mangan bạc ở bình thử không được đậm hơn ở bình mẫu được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện với lượng dung dịch amoni mẫu 1 phần triệu NH_4 (TT) đã được chỉ dẫn trong chuyên luận, 1 ml nước và 0,3 g magnesi oxyd nặng (TT).

9.4.2 Arsen

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

Phương pháp A

Dụng cụ: Bộ dụng cụ thử arsen (Hình 9.4.2) gồm một bình nón nút mài cỡ 100 ml được đẩy bằng nút thủy tinh mài, xuyên qua nút có một ống thủy tinh dài khoảng 200 mm, đường kính trong là 5 mm. Phần dưới của ống thủy tinh được kéo nhỏ lại để có đường kính trong là 1,0 mm và cách đầu ống 15 mm có một lỗ trên thành ống với đường kính 2 mm đến 3 mm. Khi gắn ống thủy tinh vào nút thì lỗ này phải ở cách mặt dưới của nút ít nhất là 3 mm. Đầu trên của ống thủy tinh có một đĩa tròn phẳng, mặt phẳng của đĩa vuông góc với trục ống.

Một ống thủy tinh thứ hai dài 30 mm, có cùng đường kính và cũng có đĩa tròn phẳng tương tự như ống thứ nhất, đặt tiếp xúc mặt đĩa tròn với ống thứ nhất và được giữ chặt với ống thứ nhất bằng 2 dây lò xo.

Tiến hành: Cho xuống đầu thấp của ống thủy tinh dài khoảng 50 mg đến 60 mg bòng tẩm chì acetat (TT) hoặc một miếng gạc cotton bọc một mẫu giấy tẩm chì acetat (TT) có khối lượng 50 mg đến 60 mg. Đặt một miếng giấy tẩm thủy ngân (II) bromid (TT), hình tròn hay hình vuông, có kích thước đủ để phủ kín lỗ tròn giữa 2 ống thủy tinh (15 mm × 15 mm), giữ chặt 2 ống thủy tinh bằng 2 dây lò xo. Cho vào bình nón một lượng chế phẩm thử theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Hòa tan hoặc pha loãng (nếu chế phẩm thử là dung dịch) với nước thành 25 ml. Thêm 15 ml acid hydrocloric (TT), 0,1 ml dung dịch thiếc (II) clorid AsT (TT) và 5 ml dung dịch kali iodid 16,6 % (TT). Để yên 15 min rồi thêm 5 g kẽm không có arsen (TT). Đậy ngay bình nón bằng nút đã lắp sẵn giấy thử ở trên và ngâm bình trong nước ở nhiệt độ sao cho khí được giải phóng đều đặn. Song song tiến hành một mẫu so sánh trong cùng điều kiện, dùng 1 ml dung dịch arsen mẫu 1 phần triệu As (TT) hòa loãng với nước thành 25 ml thay cho chế phẩm thử. Sau ít nhất 2 h lấy các miếng giấy tẩm thủy ngân (II) bromid (TT) ra so sánh các vết màu. Vết màu nếu có trên