

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 mầu 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 mầu 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 mầu 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

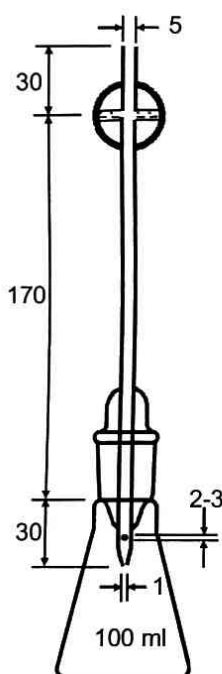
miếng giấy của bình thử phải không được đậm hơn vết màu trên miếng giấy của bình mẫu.

Phương pháp B

Lấy một lượng chế phẩm thử theo chỉ dẫn trong chuyên luận cho vào một ống nghiệm chứa 4 ml *acid hydrochloric* (TT) và khoảng 5 mg *kali iodid* (TT), thêm 3 ml *dung dịch hypophosphit* (TT). Đun cách thủy hỗn hợp trong 15 min, thỉnh thoảng lắc.

Tiến hành song song một mẫu so sánh trong cùng điều kiện, thay chế phẩm thử bằng 0,5 ml *dung dịch arsen mẫu 10 phần triệu As* (TT).

So sánh màu trong hai ống. Màu trong ống thử không được đậm hơn màu trong ống so sánh.



Hình 9.4.2 - Dụng cụ thử arsen
(Kích thước tính bằng milimét)

9.4.3 Calci

Các dung dịch dùng trong phép thử này phải được chuẩn bị với nước cất.

Thêm 1 ml *dung dịch amoni oxalat 4 %* (TT) vào 0,2 ml *dung dịch calci mẫu 100 phần triệu Ca trong ethanol 96 %* (TT). Sau 1 min, thêm hỗn hợp gồm 1 ml *dung dịch acid acetic 2 M* (TT) và 15 ml *dung dịch chế phẩm thử* như chỉ dẫn trong chuyên luận và lắc.

Sau 15 min, so sánh độ đục tạo thành trong ống thử với độ đục mẫu được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện nhưng thay dung dịch chế phẩm thử bằng hỗn hợp gồm 10 ml *dung dịch calci mẫu 10 phần triệu Ca* (TT) và 5 ml nước.

Ống thử phải không được đục hơn ống mẫu.

9.4.4 Chì trong đường

Tiến hành theo phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên

tử (Phụ lục 4.4, phương pháp 2), dùng ngọn lửa acetylen - không khí, đèn cathod rỗng chì và các dung dịch sau:

Dung dịch thử: Hòa tan 20,0 g chế phẩm thử trong *dung dịch acid acetic 1 M* (TT) để được 100,0 ml. Thêm 2,0 ml *dung dịch bão hòa amoni pyrolidin dithiocarbamat* (TT) và 10,0 ml *4-methylpentan-2-on* (TT), lắc trong 30 s, tránh ánh sáng. Để yên cho tách lớp và lấy lớp 4-methylpentan-2-on.

Các dung dịch đối chiếu: Chuẩn bị 3 dung dịch đối chiếu trong cùng điều kiện như dung dịch thử, bằng cách thêm riêng biệt 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml *dung dịch chì mẫu 10 phần triệu Pb* (TT) vào mỗi bình đã có 20,0 g chế phẩm thử.

Chuẩn bị một mẫu trắng trong cùng điều kiện giống như dung dịch thử nhưng không có chế phẩm thử.

Đo độ hấp thụ của dung dịch thử, 3 dung dịch đối chiếu và mẫu trắng ở cực đại 283,3 nm, dùng dung dịch trắng để hiệu chỉnh điểm 0 của máy. Vẽ đường biểu diễn sự phụ thuộc giữa độ hấp thụ với nồng độ chì trong các dung dịch và xác định hàm lượng của chì trong chế phẩm thử.

Hàm lượng chì không được lớn hơn 0,5 phần triệu trừ khi có chỉ dẫn khác.

9.4.5 Clorid

Chuẩn bị dung dịch thử như chỉ dẫn trong chuyên luận, cho vào một ống nghiệm, pha loãng với nước đến 15 ml. Thêm 1 ml *dung dịch acid nitric 2 M* (TT) và 1 ml *dung dịch bạc nitrat 2 %* (TT). Để yên 5 min, tránh ánh sáng. So sánh độ đục tạo thành trong ống thử với độ đục trong ống mẫu được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện nhưng thay dung dịch thử bằng hỗn hợp gồm 10 ml *dung dịch clorid mẫu 5 phần triệu Cl* (TT) và 5 ml nước. Quan sát dọc theo trục ống nghiệm, dưới ánh sáng khuếch tán trên nền đen. Ống thử không được đục hơn ống mẫu.

9.4.6 Fluorid

Dùng thiết bị cất như mô tả trong Hình 9.4.6 bao gồm một ống nghiệm nút mài nối với một ống ngưng ruột thẳng. Ống nghiệm được đặt trong một bộ phận đun bằng thủy tinh chịu nhiệt kín có nối với một ống sinh hàn và nhiệt kế. Cân và chuyển một lượng chế phẩm như chỉ dẫn trong chuyên luận vào ống nghiệm, thêm 0,1 g cát đã được rửa bằng acid và 20 ml *dung dịch acid sulfuric 50 %* (t/t). Rót *tetracloroethan* (TT) vào bình đun, đun nóng và giữ ở nhiệt độ sôi của tetracloroethan (146 °C). Chưng cất và hứng dịch cất vào bình định mức 100 ml có chứa sẵn 0,3 ml *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N* (CĐ) và 0,1 ml *dung dịch phenolphthalein* (TT). Duy trì thể tích ở trong ống nghiệm là 20 ml trong suốt quá trình cất, và giữ cho dịch trong bình cất luôn luôn kiềm bằng cách thêm *dung dịch natri hydroxyd 0,1 N* (CĐ) nếu cần. Thêm nước vào bình hứng dịch cất vừa đủ 100 ml, được dung dịch thử. Chuẩn bị mẫu chuẩn với cùng điều kiện như mẫu thử nhưng thay chế phẩm bằng 5 ml *dung dịch fluorid chuẩn 10 phần triệu F* (TT). Lấy 2 ống nghiệm nút mài, thêm riêng rẽ 20 ml dung