

Dung dịch mẫu trắng: Tiến hành như dung dịch thử nhưng không có chế phẩm.

Đậy bình phá mẫu và đặt vào trong lò vi sóng. Tiến hành phá mẫu bằng cách sử dụng nối tiếp 2 chương trình tách biệt thích hợp. Thiết lập các chương trình theo một số bước để có thể kiểm soát phản ứng, theo dõi áp suất, nhiệt độ hoặc năng lượng tùy theo kiểu lò vi sóng sử dụng. Sau khi áp dụng chương trình đầu tiên, để nguội các bình phá mẫu trước khi mở. Thêm vào mỗi bình 2 ml *dung dịch hydrogen peroxyl đậm đặc (TT)* và áp dụng chương trình thứ hai. Sau khi áp dụng chương trình thứ hai, để nguội các bình phá mẫu trước khi mở. Nếu cần thiết để có được dung dịch trong, lặp lại bước thêm *dung dịch hydrogen peroxyl đậm đặc (TT)* và chương trình phá mẫu thứ hai.

Để nguội, pha loãng cẩn thận với *nước* và tráng vào một bình nón sao cho thể tích dung dịch thu được không vượt quá 25 ml. Điều chỉnh pH dung dịch đến 3,0 - 4,0 bằng *amoniac (TT)* (có thể dùng *dung dịch amoniac 6 M (TT)* để điều chỉnh khi đến gần khoảng pH yêu cầu), dùng chỉ thị ngoại là giấy chỉ thị có khoảng chỉ thị pH hẹp. Để tránh làm nóng dung dịch, ngâm dung dịch trong nước đá và dùng máy khuấy từ. Pha loãng thành 40 ml với *nước* và trộn đều. Thêm 2 ml *dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT)*. Lắc đều và thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml *dung dịch thioacetamid (TT)*. Lắc đều ngay. Pha loãng với *nước* thành 50 ml, lắc đều và để yên 2 min.

Lọc các dung dịch qua màng lọc thích hợp 0,45 μm nếu không có chỉ dẫn khác. Tiến hành lọc chậm và đều với áp lực lên piston nhẹ nhàng và liên tục. So sánh màu sắc của các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch trên.

Tính thích hợp của phép thử: Vết thu được từ dung dịch đối chiếu phải có màu nâu khi so sánh với vết thu được từ dung dịch mẫu trắng và vết thu được từ dung dịch kiểm tra phải có màu ít nhất là đậm bằng màu của vết thu được từ dung dịch đối chiếu.

Đánh giá kết quả: Màu nâu của vết thu được từ dung dịch thử không được đậm hơn màu của vết thu được từ dung dịch đối chiếu.

Phương pháp 8

Dung dịch thử: Hòa tan một lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận trong 20 ml dung môi hay hỗn hợp dung môi được chỉ dẫn trong chuyên luận.

Dung dịch đối chiếu: Pha loãng thể tích *dung dịch chỉ mẫu 10 phần triệu Pb (TT)* theo chỉ dẫn trong chuyên luận thành 20 ml với dung môi để pha dung dịch thử.

Dung dịch mẫu trắng: 20 ml dung môi để pha dung dịch thử. Thêm 2 ml *dung dịch đệm acetat pH 3,5 (TT)* vào mỗi dung dịch trên. Lắc đều (Trong một vài trường hợp có tủa tạo thành, khi đó chuyên luận riêng có hướng dẫn hòa tan lại trong thể tích xác định của dung môi cho sẵn). Thêm dung dịch thu được vào 1,2 ml *dung dịch thioacetamid (TT)*. Lắc ngay và để yên 2 min. Lọc các dung dịch qua màng lọc 0,45 μm nếu không có chỉ dẫn khác. So sánh các vết trên màng lọc thu được từ các dung dịch trên.

Tính thích hợp của phép thử: Vết thu được từ dung dịch đối chiếu phải có màu đen nâu so với vết thu được từ dung dịch mẫu trắng.

Đánh giá kết quả: Màu đen nâu của vết thu được từ dung dịch thử không được đậm hơn màu của vết thu được từ dung dịch đối chiếu.

9.4.9 Nhôm

Chuyển dung dịch chế phẩm thử đã chỉ dẫn trong chuyên luận vào một bình gạn và chiết lần lượt với 20 ml, 20 ml và 10 ml dung dịch *8-hydroxyquinolin 0,5 % trong cloroform (TT)*. Gộp các dịch chiết cloroform và pha loãng tới 50,0 ml bằng *cloroform (TT)* (dung dịch thử).

Trừ khi có chỉ dẫn khác, chuẩn bị dung dịch trắng và dung dịch chuẩn trong cùng điều kiện như dung dịch thử.

Dung dịch trắng là hỗn hợp 10 ml *dung dịch đệm acetat pH 6,0* và 100 ml *nước*.

Dung dịch chuẩn là hỗn hợp 2 ml *dung dịch nhôm mẫu 2 phần triệu Al (TT)*, 10 ml *dung dịch đệm acetat pH 6,0* và 98 ml *nước*.

Đo huỳnh quang của dung dịch thử (I_1), dung dịch chuẩn (I_2) và dung dịch trắng (I_3) (Phụ lục 4.3) với bước sóng kích thích là 392 nm và một kính lọc phụ có dải truyền quang tập trung ở 518 nm, hoặc đặt một thiết bị làm đơn sắc ánh sáng để truyền quang ở chính bước sóng đó.

Cường độ huỳnh quang của dung dịch thử ($I_1 - I_3$) không được lớn hơn của dung dịch chuẩn ($I_2 - I_3$).

9.4.10 Nickel trong polyol

Tiến hành theo phương pháp II của quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4), dùng ngọn lửa acetylen - không khí, đèn cathod rỗng nickel và các dung dịch sau:

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

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 nickel mẫu 10 phần triệu Ni (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 và dùng dung dịch này để hiệu chỉnh điểm "0" của máy.

Đo độ hấp thụ của dung dịch thử, 3 dung dịch đối chiếu và mẫu trắng ở cực đại 232,0 nm. Vẽ đường cong biểu diễn sự phụ thuộc giữa độ hấp thụ với nồng độ nickel trong các dung dịch và xác định hàm lượng của nickel trong chế phẩm thử.

Hàm lượng nickel không lớn hơn 1 phần triệu, trừ khi có chỉ dẫn khác.

9.4.11 Kim loại nặng trong dược liệu và trong dầu béo

Tiến hành bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử (Phụ lục 4.4).

Chú ý: Khi dùng thiết bị phá mẫu áp suất cao và lò vi sóng dùng trong phòng thí nghiệm, phải thành thạo các thao tác an toàn và vận hành thiết bị mà nhà sản xuất đưa ra.

Thiết bị

Bao gồm các bộ phận sau:
Bình phá mẫu bằng polytetrafluoroethylen thể tích 120 ml có nắp đậy kín, có van điều chỉnh áp suất bên trong và một ống bằng polytetrafluoroethylen để xả khí.
Một hệ thống giữ các bình phá mẫu kín với cùng một lực xoắn.
Lò vi sóng với tần số 2450 MHz có công suất điều chỉnh được từ 0 đến (630 ± 70) W, nối với một máy tính có phần mềm điều khiển chương trình. Vách lò phủ một lớp polytetrafluoroethylen. Lò có quạt hút thay đổi được tốc độ, có hệ thống đĩa quay và ống hút để xả khói.
Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử dùng đèn cathod rỗng là nguồn phát xạ và đèn deuterium hiệu chỉnh đường nền.
Máy được nối với:
a) Bộ hóa hơi nguyên tử không ngọn lửa lò graphit đối với cadimi, đồng, chì, sắt, nickel và kẽm.
b) Bộ hoá hơi hydrid đối với arsen và bộ phận hóa hơi lạnh cho thủy ngân, hoặc một bộ hoá hơi khác có tính năng phù hợp cho 2 nguyên tố này.

Tiến hành

Nếu dùng trang thiết bị khác với mô tả ở trên thì cần điều chỉnh các thông số thiết bị cho phù hợp.
Rửa sạch các đồ đựng bằng thủy tinh và dụng cụ thí nghiệm bằng *dung dịch acid nitric (TT)* 10 g/l trước khi dùng.
Dung dịch thử: Cân và chuyển vào bình phá mẫu một lượng chế phẩm theo chỉ dẫn trong chuyên luận (khoảng 0,5 g bột được liệu hoặc dầu béo). Thêm 6 ml *acid nitric không có kim loại nặng (TT)* và 4 ml *acid hydrocloric không có kim loại nặng (TT)*. Đậy kín bình.
Đặt bình phá mẫu vào lò vi sóng. Tiến hành phá mẫu theo 3 bước như sau (dùng cho 7 bình chứa mẫu thử): 80 % công suất ở 15 min đầu, 100 % công suất ở 5 min tiếp theo và 80 % ở 20 min cuối.

Để nguội các bình ngoài không khí, thêm vào mỗi bình 4 ml *acid sulfuric không có kim loại nặng (TT)*. Lặp lại các bước phá mẫu như trên một lần nữa. Sau khi để nguội, mở bình phá mẫu ra, thu được dung dịch trong và không màu. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức 50 ml, tráng bình phá mẫu 2 lần, mỗi lần với 15 ml *nước* và tập trung dịch tráng vào bình định mức trên. Thêm 1,0 ml dung dịch *magnesi nitrat (TT)* 1 % và 1,0 ml dung dịch *amoni dihydrophosphat (TT)* 10 %, thêm *nước* vừa đủ 50 ml.
Dung dịch mẫu trắng: Trộn 6 ml *acid nitric không có kim loại nặng (TT)* và 4 ml *acid hydrocloric không có kim loại nặng (TT)* vào bình phá mẫu và tiến hành phá mẫu như đối với dung dịch thử.

Định lượng cadimi, đồng, sắt, chì, nickel và kẽm

Xác định hàm lượng cadimi, đồng, sắt, chì, nickel, kẽm bằng phương pháp thêm chuẩn (Phụ lục 4.4), dùng các dung dịch đối chiếu của mỗi kim loại nặng và áp dụng các thông số kỹ thuật như Bảng 9.4.11.1. Độ hấp thụ của dung dịch mẫu trắng được tự động trừ vào độ hấp thụ của dung dịch thử.

Định lượng arsen và thủy ngân

Xác định hàm lượng arsen và thủy ngân trong mẫu dựa vào các dung dịch chuẩn arsen hoặc thủy ngân đã biết nồng độ bằng phương pháp xác định trực tiếp (Phụ lục 4.4) với hệ thống hoá hơi hydrid đối với arsen và hóa hơi lạnh đối với thủy ngân, hoặc với một thiết bị hóa hơi khác phù hợp.

Arsen

Dung dịch mẫu: Lấy 19,0 ml dung dịch thử hoặc trắng chuẩn bị như trên, thêm 1 ml dung dịch *kali iodid (TT)* 20 %. Để yên dung dịch ở nhiệt độ phòng trong 50 min hoặc ở 70 °C trong 4 min.
Acid: *Acid hydrocloric không có kim loại nặng (TT)*.
Dung dịch khử: Dung dịch *natri borohydrid (TT)* 0,6 % trong dung dịch *natri hydroxyd (TT)* 0,5 %.
Áp dụng các thông số kỹ thuật trong Bảng 9.4.11.2.

Bảng 9.4.11.1 - Các thông số kỹ thuật để tiến hành phép thử

		Cd	Cu	Fe	Ni	Pb	Zn
Bước sóng	nm	228,8	324,8	248,3	232	283,5	213,9
Độ rộng khe	nm	0,5	0,5	0,2	0,2	0,5	0,5
Cường độ đèn	mA	6	7	5	10	5	7
Nhiệt độ tro hóa	°C	800	800	800	800	800	800
Nhiệt độ nguyên tử hóa	°C	1800	2300	2300	2500	2200	2000
Hiệu chỉnh đường nền		có	không	không	không	không	không
Tốc độ khí nitrogen	L/min	3	3	3	3	3	3

Thủy ngân

Dung dịch mẫu: Dung dịch thử hoặc dung dịch trắng chuẩn bị như trên.

Acid: Dung dịch chứa 515 g/l acid hydrocloric không có kim loại nặng (TT).

Dung dịch khử: Dung dịch thiếc (II) clorid 1 % trong dung dịch acid hydrocloric loãng không có kim loại nặng (TT).

Áp dụng các thông số kỹ thuật trong Bảng 9.4.11.2.

Bảng 9.4.11.2 - Các thông số kỹ thuật để tiến hành phép thử

		As	Hg
Bước sóng	nm	193,7	253,7
Độ rộng khe	nm	0,2	0,5
Cường độ đèn	mA	10	4
Tốc độ acid	ml/min	1,0	1,0
Tốc độ dung dịch khử	ml/min	1,0	1,0
Tốc độ dung dịch mẫu	ml/min	7,0	7,0
Buồng đo		Thạch anh (lâm nóng)	Thạch anh (không lâm nóng)
Hiệu chỉnh đường nền		Không	Không
Tốc độ khí nitrogen	L/min	0,1	0,1

9.4.12 Phosphat

Thêm 4 ml dung dịch sufomolybdic (TT) vào 100 ml dung dịch đã được chuẩn bị, nếu cần thì trung hòa như chỉ dẫn. Lắc và thêm 0,1 ml dung dịch thiếc (II) clorid (TT). Chuẩn bị dung dịch chuẩn trong cùng điều kiện, dùng 2 ml dung dịch phosphat mẫu 5 phần triệu PO₄ (TT) và 98 ml nước. Sau 10 min, lấy mỗi dung dịch 20 ml và so sánh màu. Màu trong ống thử phải không được đậm hơn màu trong ống chuẩn.

9.4.13 Sắt

Hòa tan một lượng chế phẩm thử quy định trong nước rồi pha loãng với nước thành 10 ml, hoặc lấy 10 ml dung dịch chế phẩm thử như chỉ dẫn trong chuyên luận cho vào một ống Nessler. Thêm 2 ml dung dịch acid citric 20 % và 0,1 ml acid mercaptoacetic (TT). Lắc đều, kiểm hóa bằng dung dịch amoniac 10 M (TT) và pha với nước thành 20 ml. Để yên 5 min.

Chuẩn bị một dung dịch chuẩn trong cùng điều kiện, dùng 10 ml dung dịch sắt mẫu 1 phần triệu Fe (TT) thay cho dung dịch chế phẩm thử.

Màu hồng tạo thành trong dung dịch thử không được đậm hơn màu trong dung dịch chuẩn.

9.4.14 Sulfat

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

Thêm 1 ml dung dịch bari clorid 25 % (TT) vào 1,5 ml dung dịch sulfat mẫu 10 phần triệu SO₄ (TT), lắc và để yên 1 min. Thêm 15 ml dung dịch chế phẩm thử đã được chỉ dẫn trong chuyên luận hoặc thêm một lượng chế phẩm thử

quy định đã hòa tan trong 15 ml nước, và 0,5 ml dung dịch acid acetic 5 M (TT). Để yên 5 min.

Độ đục tạo thành trong ống thử không được đậm hơn trong ống chuẩn được chuẩn bị đồng thời trong cùng điều kiện, nhưng dùng 15 ml dung dịch sulfat mẫu 10 phần triệu SO₄ (TT) thay cho dung dịch chế phẩm thử.

9.4.15 Magnesi

Lấy 10 ml dung dịch thử được pha như chỉ dẫn của chuyên luận, thêm 0,1 g natri tetraborat (TT). Nếu cần thì điều chỉnh pH của dung dịch tới khoảng từ 8,8 đến 9,2 bằng dung dịch acid hydrocloric 2 M (TT) hoặc dung dịch natri hydroxyd 2 M (TT). Lắc 2 lần, mỗi lần với 5 ml dung dịch 8-hydroxyquinolin 0,1 % trong cloroform (TT), mỗi lần lắc 1 min, để yên cho tách lớp rồi gạn bỏ lớp cloroform phía dưới. Thêm vào lớp nước 0,4 ml n-butylamin (TT) và 0,1 ml triethanolamin (TT). Nếu cần thì điều chỉnh pH tới khoảng từ 10,5 đến 11,5. Thêm 4 ml dung dịch 8-hydroxyquinolin 0,1 % trong cloroform (TT), lắc 1 min rồi để yên cho tách lớp. Nếu lớp cloroform có màu thì không được đậm hơn màu mẫu thu được khi tiến hành như trên với 1 ml dung dịch magnesi mẫu 10 phần triệu Mg (TT) và 9 ml nước.

9.4.16 Magnesi và kim loại kiềm thổ

Lấy 200 ml nước, thêm 0,1 g hydroxylamin hydroclorid (TT); 10 ml dung dịch đệm amoniac pH 10,0 (TT); 1 ml dung dịch kẽm sulfat 0,1 M (CĐ) và khoảng 15 mg hỗn hợp đen eriocrom T (TT). Đun nóng tới 40 °C và chuẩn độ với dung dịch trilon B 0,01 M (CĐ) đến khi màu tím chuyển hẳn sang xanh. Thêm vào dung dịch một lượng chế phẩm đã được hòa tan trong 100 ml nước, hoặc một thể tích dung dịch chế phẩm, như chỉ dẫn trong chuyên luận. Nếu màu dung dịch chuyển sang tím, thì chuẩn độ tiếp với dung dịch trilon B 0,01 M (CĐ) đến khi màu hoàn toàn trở lại xanh. Thể tích dung dịch trilon B 0,01 M (CĐ) dùng trong lần chuẩn độ thứ hai không được quá lượng quy định.

9.5 XÁC ĐỊNH GIỚI HẠN CARBON MONOXYD TRONG KHÍ Y TẾ

Thiết bị

Thiết bị (Hình 9.5) gồm các phần sau được mắc nối tiếp với nhau:

U1: Ống hình chữ U chứa silica gel khan được tẩm crom (VI) oxyd (TT).

F1: Bình rửa chứa 100 ml dung dịch kali hydroxyd 40 % (TT).

U2: Ống hình chữ U chứa các hạt kali hydroxyd (TT) (ống này không cần khi thử carbon dioxyd).

U3: Ống hình chữ U chứa phosphor pentoxyd được phân tán trên đá bọt.

U4: Ống hình chữ U chứa 30 g các hạt iod pentoxyd kết tinh lại đã được sấy trước ở 200 °C và duy trì ở 120 °C