

Bảng 9.2.2 - Giá trị độ đục (NTU)

Hỗn dịch	Giá trị độ đục (NTU)
Hỗn dịch đối chiếu I	3
Hỗn dịch đối chiếu II	6
Hỗn dịch đối chiếu III	18
Hỗn dịch đối chiếu IV	30
Chuẩn đục	60
Hỗn dịch đục gốc	4000

9.3 XÁC ĐỊNH MÀU SẮC CỦA DUNG DỊCH

Một dung dịch được coi là không màu nếu nó giống như nước cất hay dung môi dùng để pha dung dịch đó, hoặc có màu không đậm hơn dung dịch màu đối chiếu N₉. Báo cáo kết quả cần ghi rõ phương pháp sử dụng (phương pháp 1, phương pháp 2 hay phương pháp 3).

CÁC PHƯƠNG PHÁP SO MÀU BẰNG MẮT THƯỜNG

Việc xác định màu sắc của dung dịch trong phạm vi nâu - vàng - đỏ được tiến hành theo một trong hai phương pháp dưới đây, tùy theo chỉ dẫn trong chuyên luận.

Phương pháp 1

Dùng những ống thủy tinh trung tính, không màu, trong suốt và giống hệt nhau, có đường kính ngoài 12 mm để so sánh 2,0 ml dung dịch thử với 2,0 ml nước, hoặc dung môi, hoặc dung dịch màu đối chiếu (Bảng 9.3.2a tới Bảng 9.3.2e) theo chỉ dẫn trong chuyên luận. Quan sát màu của dung dịch theo chiều ngang ống nghiệm, dưới ánh sáng ban ngày khuếch tán, trên nền trắng.

Phương pháp 2

Dùng những ống thủy tinh trung tính, đáy bằng, không màu, trong suốt, giống hệt nhau và có đường kính trong từ 15 mm đến 25 mm để so sánh lớp dung dịch thử với nước, hoặc dung môi, hoặc dung dịch màu đối chiếu (Bảng 9.3.2a tới Bảng 9.3.2e) theo chỉ dẫn trong chuyên luận, bề dày của lớp chất lỏng là 40 mm. Quan sát màu của dung dịch dọc theo trục ống, dưới ánh sáng ban ngày khuếch tán trên nền trắng.

Pha chế các dung dịch gốc

Dung môi A: 25 ml acid hydrochloric (TT) hòa tan trong 975 ml nước.

Dung dịch gốc màu vàng: Hòa tan 46 g sắt (III) clorid (TT) trong khoảng 900 ml dung môi A, thêm dung môi A vừa đủ thành 1000,0 ml. Chuẩn độ rồi điều chỉnh bằng dung môi A để có dung dịch chứa 45,0 mg FeCl₃.6H₂O trong 1 ml. Bảo quản tránh ánh sáng.

Chuẩn độ: Cho vào một bình nón dung tích 250 ml có nút mài 10,0 ml dung dịch gốc màu vàng, 15 ml nước, 5 ml acid hydrochloric (TT) và 4 g kali iodid (TT). Đậy nút, lắc đều rồi để yên 15 min ở chỗ tối. Thêm vào bình 100 ml nước và chuẩn độ iod giải phóng bằng dung dịch natri

thiosulfat 0,1 N (CĐ), chỉ thị là 0,5 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) cho vào lúc gần cuối chuẩn độ.

1 ml dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ) tương đương với 27,03 mg FeCl₃.6H₂O.

Dung dịch gốc màu đỏ: Hòa tan 60 g cobalt (II) clorid (TT) trong khoảng 900 ml dung môi A, thêm dung môi A vừa đủ thành 1000,0 ml. Chuẩn độ rồi điều chỉnh bằng dung môi A để có dung dịch chứa 59,5 mg CoCl₂.6H₂O trong 1 ml.

Chuẩn độ: Cho vào một bình nón dung tích 250 ml có nút mài 5,0 ml dung dịch gốc màu đỏ, 5 ml dung dịch hydrogen peroxyd 10 tt (TT) và 10 ml dung dịch natri hydroxyd 30 % (TT). Đun sôi nhẹ trong 10 min, để nguội rồi thêm 60 ml dung dịch acid sulfuric 1 M (TT) và 2 g kali iodid (TT). Đậy bình và lắc nhẹ cho tan tủa, chuẩn độ iod giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ), chỉ thị là 0,5 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) cho vào lúc gần cuối chuẩn độ. Dung dịch chuyển thành màu hồng khi chuẩn độ đến điểm tương đương.

1 ml dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ) tương đương với 23,79 mg CoCl₂.6H₂O.

Dung dịch gốc màu xanh: Hòa tan 63 g đồng (II) sulfat (TT) trong khoảng 900 ml dung môi A, thêm dung môi A vừa đủ thành 1000,0 ml. Chuẩn độ rồi điều chỉnh bằng dung môi A để có dung dịch chứa 62,4 mg CuSO₄.5H₂O trong 1 ml.

Chuẩn độ: Cho vào một bình nón dung tích 250 ml có nút mài 10,0 ml dung dịch gốc màu xanh, 50 ml nước, 12 ml dung dịch acid acetic 2 M (TT) và 3 g kali iodid (TT). Chuẩn độ iod giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ) đến khi có màu nâu nhạt, chỉ thị là 0,5 ml dung dịch hồ tinh bột (TT) cho vào lúc gần cuối chuẩn độ.

1 ml dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (CĐ) tương đương với 24,97 mg CuSO₄.5H₂O.

Pha chế các dung dịch màu chuẩn

Dùng 3 dung dịch gốc để pha 5 dung dịch màu chuẩn theo Bảng 9.3.1.

Bảng 9.3.1 - Các dung dịch màu chuẩn

Dung dịch màu chuẩn	Dung dịch gốc (ml)			Dung dịch acid hydrochloric 1 % (ml)
	Màu vàng	Màu đỏ	Màu xanh	
N (nâu)	30	30	24	16
VN (vàng nâu)	24	10	4	62
V (vàng)	24	6	0	70
VL (vàng lục)	96	2	2	0
Đ (đỏ)	10	20	0	70

Pha chế các dung dịch màu đối chiếu (dung dịch màu mẫu)

Dùng 5 dung dịch màu chuẩn pha các dung dịch màu đối chiếu theo các Bảng 9.3.2a đến 9.3.2e sau đây:

Bảng 9.3.2a - Dung dịch màu đối chiếu N

Dung dịch màu đối chiếu	Dung dịch màu chuẩn N (ml)	Dung dịch acid hydrochloric 1 % (ml)
N ₁	75,0	25,0
N ₂	50,0	50,0
N ₃	37,5	62,5
N ₄	25,0	75,0
N ₅	12,5	87,5
N ₆	5,0	95,0
N ₇	2,5	97,5
N ₈	1,5	98,5
N ₉	1,0	99,0

Bảng 9.3.2b - Dung dịch màu đối chiếu VN

Dung dịch màu đối chiếu	Dung dịch màu chuẩn VN (ml)	Dung dịch acid hydrochloric 1 % (ml)
VN ₁	100,0	0,0
VN ₂	75,0	25,0
VN ₃	50,0	50,0
VN ₄	25,0	75,0
VN ₅	12,5	87,5
VN ₆	5,0	95,0
VN ₇	2,5	97,5

Bảng 9.3.2c - Dung dịch màu đối chiếu V

Dung dịch màu đối chiếu	Dung dịch màu chuẩn V (ml)	Dung dịch acid hydrochloric 1 % (ml)
V ₁	100,0	0,0
V ₂	75,0	25,0
V ₃	50,0	50,0
V ₄	25,0	75,0
V ₅	12,5	87,5
V ₆	5,0	95,0
V ₇	2,5	97,5

Bảng 9.3.2d - Dung dịch màu đối chiếu VL

Dung dịch màu đối chiếu	Dung dịch màu chuẩn VL (ml)	Dung dịch acid hydrochloric 1 % (ml)
VL ₁	25,0	75,0
VL ₂	15,0	85,0
VL ₃	8,5	91,5
VL ₄	5,0	95,0
VL ₅	3,0	97,0
VL ₆	1,5	98,5
VL ₇	0,75	99,25

Bảng 9.3.2e - Dung dịch màu đối chiếu Đ

Dung dịch màu đối chiếu	Dung dịch màu chuẩn Đ (ml)	Dung dịch acid hydrochloric 1 % (ml)
Đ ₁	100,0	0,0
Đ ₂	75,0	25,0
Đ ₃	50,0	50,0
Đ ₄	37,5	62,5
Đ ₅	25,0	75,0
Đ ₆	12,5	87,5
Đ ₇	5,0	95,0

Bảo quản

Với phương pháp 1, các dung dịch màu đối chiếu cần được bảo quản trong những ống thủy tinh trung tính, không màu, trong suốt có đường kính ngoài 12 mm, được hàn kín và tránh ánh sáng.

Với phương pháp 2, pha các dung dịch màu đối chiếu từ dung dịch màu chuẩn ngay trước khi dùng.

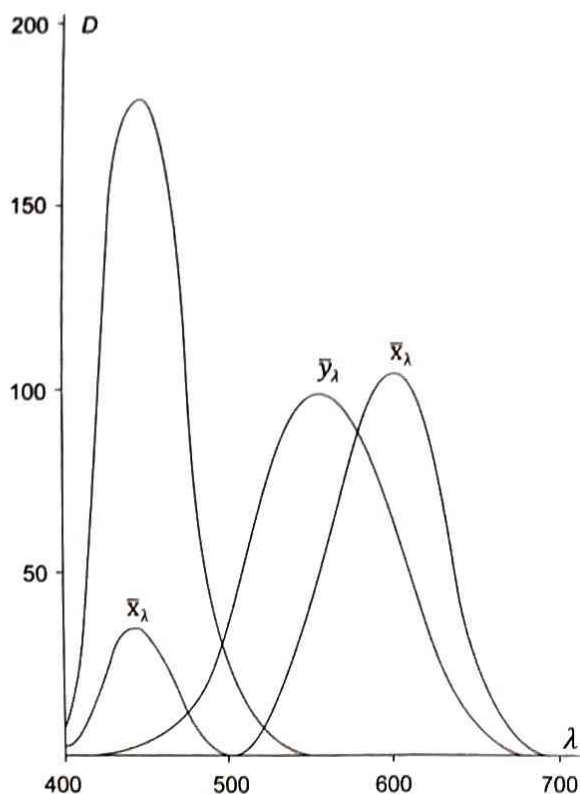
PHƯƠNG PHÁP ĐO MÀU BẰNG THIẾT BỊ (PHƯƠNG PHÁP 3)

Nguyên tắc

Màu sắc của một vật chủ yếu phụ thuộc vào các tính chất hấp thụ ánh sáng của vật đó. Tuy nhiên một loạt các yếu tố như: nguồn phát sáng, cường độ ánh sáng, độ nhạy của mắt người quan sát, kích thước, nền, góc quan sát khác nhau đều ảnh hưởng đến cảm nhận về màu sắc. Tông màu, độ sáng (độ phát sáng), độ bão hòa màu là 3 thuộc tính của màu sắc. Phép đo màu bằng thiết bị trong các điều kiện xác định cho phép biểu thị màu sắc thành các giá trị số. Cơ sở của bất kỳ phép so màu bằng thiết bị nào đều dựa trên hiện tượng mắt người có thể phân biệt màu sắc nhờ vào 3 loại thụ thể cảm nhận ánh sáng.

Phương pháp đo màu bằng thiết bị cung cấp dữ liệu khách quan hơn việc quan sát màu sắc chủ quan của một số ít người. Với thiết bị đo được bảo dưỡng và hiệu chuẩn thích hợp, các phương pháp dụng cụ cho phép đo màu sắc một cách chính xác, lặp lại và ổn định, không bị dao động theo thời gian. Qua rất nhiều các nghiên cứu phối hợp màu sắc ở những người có khả năng nhìn màu bình thường, người ta đã thiết lập được hệ số phân bố (yếu tố trọng số) cho mỗi bước sóng trong phổ ánh sáng nhìn thấy, đưa ra được mức độ kích thích tương đối của bước sóng đó trên mỗi loại thụ thể.

Ủy ban chiếu sáng quốc tế (CIE) đã phát triển các mô hình có tính đến ảnh hưởng của nguồn sáng và góc quan sát (trường nhìn). Trong một phép thử quan sát màu sắc của dung dịch bằng mắt thường, có những yêu cầu dẫn tới sử dụng góc quan sát 2° và ánh sáng ban ngày khuếch tán (nguồn sáng C). Độ nhạy trung bình của mắt người được biểu thị bằng các hệ số phân bố $\bar{x}_\lambda$, $\bar{y}_\lambda$ và $\bar{z}_\lambda$, (xem Hình 9.3.1).



Hình 9.3.1 - Độ nhạy trung bình của mắt người được biểu thị bằng các hệ số phân bố, quan sát chuẩn CIE ở góc 2° (D là hệ số phân bố, λ là bước sóng tính theo nm)

Với một màu bất kỳ, mức độ kích thích của mỗi loại loại thụ thể được xác định bằng bộ ba giá trị kích thích (XYZ). Mối quan hệ giữa các hệ số phân bố và ba giá trị kích thích (X, Y và Z) được biểu thị bằng các phương trình dạng tích phân dưới đây:

$$X = k \int_0^{\infty} f_{\lambda} \bar{x}_{\lambda} S_{\lambda} d\lambda$$

$$Y = k \int_0^{\infty} f_{\lambda} \bar{y}_{\lambda} S_{\lambda} d\lambda$$

$$Z = k \int_0^{\infty} f_{\lambda} \bar{z}_{\lambda} S_{\lambda} d\lambda$$

$$k = 100 / \int_0^{\infty} \bar{y}_{\lambda} S_{\lambda} d\lambda$$

Trong đó:

k: hằng số chuẩn hóa đặc trưng cho sự kích thích của một loại thụ thể và loại nguồn sáng sử dụng;

S_{λ} : phân bố công suất phổ tương đối của nguồn sáng;

$\bar{x}_{\lambda}$, $\bar{y}_{\lambda}$, $\bar{z}_{\lambda}$: hệ số phân bố khấp màu cho quan sát chuẩn CIE ở góc 2°;

f_{λ} : độ truyền qua phổ T_{λ} của vật liệu;

λ : bước sóng, tính bằng nm.

Trong thực tế tính toán ba giá trị kích thích, phép tích phân được ước tính gần đúng bằng một tổng như sau:

$$X = k \sum_{\lambda} T_{\lambda} \bar{x}_{\lambda} S_{\lambda} \Delta\lambda$$

$$Y = k \sum_{\lambda} T_{\lambda} \bar{y}_{\lambda} S_{\lambda} \Delta\lambda$$

$$Z = k \sum_{\lambda} T_{\lambda} \bar{z}_{\lambda} S_{\lambda} \Delta\lambda$$

$$k = \frac{100}{\sum_{\lambda} S_{\lambda} \bar{y}_{\lambda} \Delta\lambda}$$

Bộ ba giá trị kích thích có thể được sử dụng để tính toán các hệ số kết hợp không gian màu của mô hình màu CIE Lab: L^* (độ sáng), a^* (đỏ - lục), b^* (vàng - lam), các hệ số này được xác định như sau:

$$L^* = 116f(Y/Y_n) - 16$$

$$a^* = 500 [f(X/X_n) - f(Y/Y_n)]$$

$$b^* = 200 [f(Y/Y_n) - f(Z/Z_n)]$$

trong đó X_n , Y_n và Z_n là ba giá trị kích thích của nước và:

$f(X/X_n) = (X/X_n)^{1/3}$ nếu $X/X_n > (6/29)^3$, hoặc trường hợp khác $f(X/X_n) = 841/108 (X/X_n) + 4/29$

$f(Y/Y_n) = (Y/Y_n)^{1/3}$ nếu $Y/Y_n > (6/29)^3$, hoặc trường hợp khác $f(Y/Y_n) = 841/108 (Y/Y_n) + 4/29$

$f(Z/Z_n) = (Z/Z_n)^{1/3}$ nếu $Z/Z_n > (6/29)^3$, hoặc trường hợp khác $f(Z/Z_n) = 841/108 (Z/Z_n) + 4/29$

Trong phương pháp quang phổ, giá trị độ truyền qua được đo tại các bước sóng gián đoạn trong vùng phổ ánh sáng nhìn thấy. Những giá trị này được dùng để tính toán các giá trị kích thích thông qua sử dụng các hệ số $\bar{x}_{\lambda}$, $\bar{y}_{\lambda}$, $\bar{z}_{\lambda}$ cho quan sát chuẩn ở góc 2° và nguồn sáng chuẩn C của CIE.

Phương pháp quang phổ

Sử dụng một thiết bị quang phổ thích hợp theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất, xác định độ truyền qua (T) ít nhất trên dải bước sóng từ 400 nm đến 700 nm, tại các điểm bước sóng cách nhau không quá 10 nm. Thể hiện kết quả dưới dạng %. Tính toán ba giá trị kích thích X, Y, Z và hệ số kết hợp không gian màu L^* , a^* và b^* .

Xác định màu sắc

Chuẩn hóa thiết bị theo khuyến cáo của nhà sản xuất. Đánh giá hiệu năng của hệ thống trước mỗi lần đo hoặc định kỳ tùy thuộc vào tần suất sử dụng thiết bị. Sử dụng chất đối chiếu được chứng nhận trong dải bước sóng đo.

Vận hành thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Đo dung dịch thử và (các) dung dịch đối chiếu trong cùng điều kiện (độ dày của cốc đo, nhiệt độ).

Để xác định độ truyền qua, sử dụng nước làm dung dịch đối chiếu, coi độ truyền qua của nước là 100 % tại tất cả các bước sóng trong vùng phổ nhìn thấy. Sử dụng các

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