

trong suốt quá trình thử. Iod pentoxyd được nhồi trong một ống thành các cột 1 cm được phân cách bằng các cột bông thủy tinh 1 cm để được một đoạn hữu hiệu dài 5 cm.

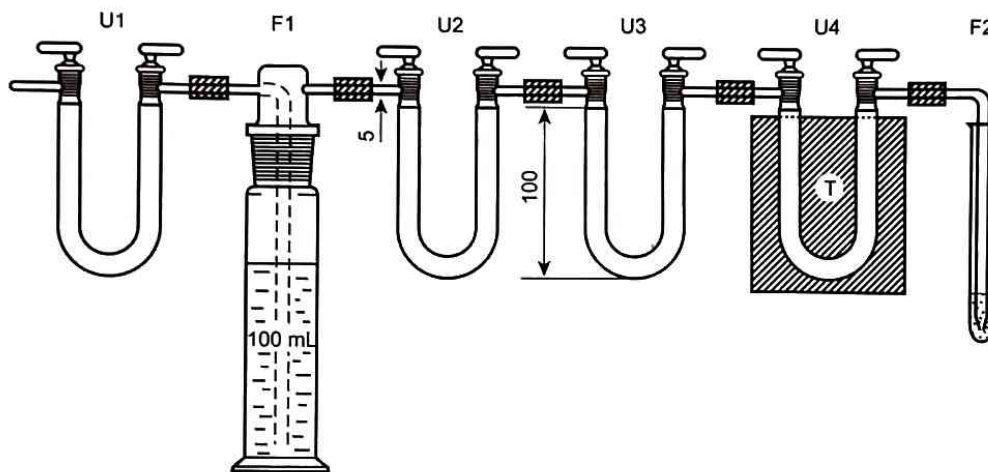
F2: Ống phản ứng chứa 2,0 ml dung dịch kali iodid 16,6 % (TT) và 0,15 ml dung dịch hồ tinh bột (TT).

Tiến hành

Rửa thiết bị bằng 5,0 L khí argon và nếu cần, làm mất màu của dung dịch iodid bằng cách thêm lượng ít nhất dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (CD) mới pha. Tiếp tục rửa đến khi lượng dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (CD) cần dùng

không quá 0,045 ml sau khi cho 5,0 L khí argon chạy qua. Cho khí cần kiểm tra chạy qua thiết bị, dùng thể tích và tốc độ dòng theo quy định trong chuyên luận riêng. Rửa vết iod giải phóng vào bình phản ứng bằng cách cho 1,0 L khí argon chạy qua. Chuẩn độ iod giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (CD).

Tiến hành mẫu trắng trong cùng điều kiện, dùng thể tích argon theo quy định trong chuyên luận riêng. Thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (CD) chênh lệch giữa hai lần chuẩn độ không được quá giới hạn quy định trong chuyên luận riêng.



Hình 9.5 - Thiết bị thử giới hạn carbon monoxyd (Kích thước tính bằng milimét)

9.6 XÁC ĐỊNH MẬT KHỐI LƯỢNG DO LÀM KHÔ

Mật khối lượng do làm khô là sự giảm khối lượng của mẫu thử biểu thị bằng phần trăm (khối lượng/khối lượng) khi được làm khô trong điều kiện xác định ở mỗi chuyên luận. Phương pháp này dùng để xác định hàm lượng nước, một phần hoặc toàn bộ lượng nước kết tinh và lượng chất dễ bay hơi khác trong mẫu thử.

Việc xác định mật khối lượng do làm khô không được làm thay đổi tính chất lý hóa cơ bản của mẫu thử, vì vậy mỗi chuyên luận riêng sẽ có quy định cách làm khô theo một trong các phương pháp sau đây:

a) Trong bình hút ẩm. Tiến hành làm khô trong bình hút ẩm với những chất hút nước như phosphor pentoxyd, silica gel v.v...

b) Trong chân không. Tiến hành làm khô ở điều kiện áp suất từ 1,5 kPa đến 2,5 kPa có mặt chất hút ẩm phosphor pentoxyd và ở nhiệt độ phòng.

c) Trong chân không ở điều kiện nhiệt độ xác định. Tiến hành làm khô ở điều kiện áp suất từ 1,5 kPa đến 2,5 kPa có mặt chất hút ẩm phosphor pentoxyd và trong điều kiện nhiệt độ quy định trong chuyên luận riêng.

d) Trong tủ sấy ở điều kiện nhiệt độ xác định. Tiến hành làm khô trong tủ sấy ở điều kiện nhiệt độ quy định trong chuyên luận riêng.

e) Trong chân không hoàn toàn. Tiến hành làm khô trong điều kiện áp suất không quá 0,1 kPa có mặt chất hút ẩm phosphor pentoxyd và ở điều kiện nhiệt độ quy định trong chuyên luận riêng.

Cách tiến hành

Dùng dụng cụ dùng để sấy bằng thủy tinh rộng miệng đáy bằng có nắp mài làm bì đựng mẫu thử; làm khô bì trong thời gian 30 min theo phương pháp và điều kiện quy định trong chuyên luận rồi cân để xác định khối lượng bì. Cân ngay vào bì này một lượng chính xác mẫu thử bằng khối lượng quy định trong chuyên luận với sai số ± 10 %. Nếu không có chỉ dẫn gì đặc biệt thì lượng mẫu thử được dàn mỏng thành lớp có độ dày không quá 5 mm. Nếu mẫu thử có kích thước lớn thì phải nghiền nhanh tới kích thước dưới 2 mm trước khi cân. Tiến hành làm khô trong điều kiện quy định của chuyên luận. Nếu dùng phương pháp sấy thì nhiệt độ thực cho phép chênh lệch ± 2 °C so với nhiệt độ quy định. Sau khi sấy phải làm nguội tới nhiệt độ phòng cân trong bình hút ẩm có silica gel rồi cân ngay. Nếu chuyên luận không quy định thời gian làm khô có nghĩa là phải làm khô đến khối lượng không đổi, tức là sự chênh lệch khối lượng sau khi sấy thêm 1 h trong tủ sấy hoặc 6 h trong bình hút ẩm so với lần sấy trước đó không quá 0,5 mg.

PHỤ LỤC 9

Nếu mẫu thử bị chảy ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ sấy quy định thì trước khi đưa lên nhiệt độ đó, cần duy trì từ 1 h đến 2 h ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ nóng chảy của mẫu thử từ 5 °C đến 10 °C.

Nếu mẫu thử ở dạng nang hoặc viên bao thì phải bỏ vỏ (lấy không ít hơn 4 viên) và nghiền nhanh tới kích thước dưới 2 mm rồi lấy lượng bột viên như chỉ dẫn trong chuyên luận riêng.

Nếu mẫu thử là dược liệu, khi chuyên luận riêng không có chỉ dẫn gì đặc biệt thì tiến hành sấy trong tủ sấy ở áp suất thường. Dược liệu phải được làm thành mảnh nhỏ đường kính không quá 3 mm; lượng đem thử từ 2 g đến 5 g; chiều dày lớp mẫu thử đem sấy là 5 mm và không quá 10 mm đối với dược liệu có cấu tạo xốp. Nhiệt độ và thời gian sấy theo yêu cầu của chuyên luận riêng. Nếu chuyên luận không quy định thời gian sấy có nghĩa là sấy đến khối lượng không đổi, tức là sự chênh lệch khối lượng sau khi sấy thêm 1 h so với lần sấy trước đó không quá 5 mg.

9.7 XÁC ĐỊNH TRO KHÔNG TAN TRONG ACID

Nếu không có hướng dẫn khác trong chuyên luận thì dùng phương pháp 1.

Phương pháp 1

Cho 25 ml dung dịch acid hydrochloric 2 M (TT) vào tro toàn phần, đun sôi 5 min, lọc để tập trung những chất không tan vào một phễu thủy tinh xốp đã cân bì, hoặc vào một giấy lọc không tro, rửa bằng nước nóng rồi đem nung ở 500 °C đến khối lượng không đổi. Tính tỷ lệ phần trăm của tro không tan trong acid so với dược liệu đã làm khô trong không khí.

Phương pháp 2

Cho vào chén nung chứa tro toàn phần hay tro sulfat (nếu trong chuyên luận riêng không có chỉ dẫn khác) 15 ml nước và 10 ml acid hydrochloric (TT). Đậy chén bằng một mặt kính đồng hồ, đun sôi cẩn thận 10 min rồi để nguội. Rửa mặt kính đồng hồ với 5 ml nước nóng rồi cho vào chén nung. Tập trung chất không tan vào một phễu lọc thủy tinh xốp đã cân bì hoặc vào một giấy lọc không tro, rửa bằng nước nóng tới khi dịch lọc cho phản ứng trung tính. Làm khô rồi nung tới đỏ tối, để nguội trong bình hút ẩm rồi cân. Nung tiếp tới khi giữa 2 lần cân liên tiếp khối lượng chênh lệch nhau không quá 1 mg. Tính tỷ lệ phần trăm của tro không tan trong acid so với khối lượng mẫu thử dược liệu đã dùng.

9.8 XÁC ĐỊNH TRO TOÀN PHẦN

Nếu không có hướng dẫn khác trong chuyên luận thì áp dụng phương pháp 1.

Phương pháp 1

Với mẫu thử là dược liệu, cao dược liệu: Cho 2 g đến 3 g

bột mẫu thử vào một chén sứ hoặc chén platin đã nung và cân bì. Nung ở nhiệt độ không quá 450 °C tới khi không còn carbon, làm nguội rồi cân. Bằng cách này mà tro chưa loại được hết carbon thì dùng một ít nước nóng cho vào khối chất đã than hóa, dùng thìa thủy tinh khuấy đều, lọc qua giấy lọc không tro. Rửa thìa thủy tinh và giấy lọc, tập trung nước rửa vào dịch lọc. Cho giấy lọc và cặn vào chén nung rồi nung đến khi thu được tro màu xám. Tập trung dịch lọc vào cặn trong chén nung, đem bốc hơi đến khô rồi nung ở nhiệt độ không quá 450 °C đến khối lượng không đổi. Tính tỷ lệ phần trăm của tro toàn phần theo khối lượng mẫu thử dược liệu đã dùng.

Với các mẫu thử khác: Cũng thực hiện như trên nhưng chỉ dùng 1 g mẫu thử nếu không có chỉ dẫn gì khác trong chuyên luận.

Phương pháp 2

Lấy một chén sứ hoặc chén platin nung tới đỏ trong 30 min. Để nguội trong bình hút ẩm rồi cân. Nếu trong chuyên luận riêng không có hướng dẫn gì khác thì lấy 1 g mẫu thử rải đều vào chén nung, sấy 1 h ở 100 °C đến 105 °C rồi đem nung trong lò nung ở 600 °C ± 25 °C đến khối lượng không đổi. Sau mỗi lần nung, lấy chén nung cùng cặn tro đem làm nguội trong bình hút ẩm rồi cân. Trong quá trình thao tác không được để tạo thành ngọn lửa. Nếu sau khi đã nung lâu mà vẫn chưa loại hết carbon của tro thì dùng nước nóng để lấy cặn ra, lọc qua giấy lọc không tro rồi lại nung cặn và giấy lọc trong chén nung. Tập trung dịch lọc vào tro ở trong chén, làm bốc hơi cẩn thận tới khô rồi nung đến khối lượng không đổi.

9.9 XÁC ĐỊNH TRO SULFAT

Áp dụng một trong các phương pháp sau đây nếu trong chuyên luận riêng không có hướng dẫn khác.

Phương pháp 1

Nung một chén sứ hoặc chén platin tới đỏ trong 10 min, để nguội trong bình hút ẩm rồi cân. Nếu không có chỉ dẫn gì đặc biệt trong chuyên luận riêng thì cho 1 g mẫu thử vào chén nung, làm ẩm với acid sulfuric (TT), đốt cẩn thận rồi lại làm ẩm với acid sulfuric (TT) và nung ở khoảng 800 °C. Làm nguội rồi cân. Nung lại 15 min, làm nguội rồi cân nhắc lại. Lặp lại quá trình này cho đến khi hai lần cân liên tiếp, khối lượng không chênh lệch nhau quá 0,5 mg.

Phương pháp 2

Nung một chén nung sứ hoặc platin ở 600 °C ± 50 °C trong 30 min, để nguội trong bình hút ẩm rồi cân. Cho vào chén nung một lượng mẫu thử như chỉ dẫn trong chuyên luận và cân. Làm ẩm mẫu bằng một lượng nhỏ acid sulfuric (TT) (khoảng 1 ml), đốt nóng ở mức độ nhẹ nhất có thể đến khi mẫu hóa tro hoàn toàn. Để nguội, làm ẩm cặn bằng một lượng nhỏ acid sulfuric (TT), đốt nóng nhẹ đến khi bay hết khói trắng và nung ở 600 °C ± 50 °C đến khi cặn thành