

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

tro hoàn toàn. Trong khi đốt và nung không được để tạo thành ngọn lửa. Để nguội trong bình hút ẩm, cân và tính khối lượng của cặn. Nếu khối lượng cặn vượt ngoài giới hạn cho phép thì lại làm ẩm cặn bằng *acid sulfuric (TT)* và nung như trên đến khối lượng không đổi nếu không có chỉ dẫn gì khác.

Lượng mẫu thử thường dùng (từ 1 g đến 2 g) được tính từ giới hạn tro sulfat đã quy định sao cho khối lượng tro sulfat (khoảng 1 mg) có thể cân được để đảm bảo độ chính xác.

9.10 XÁC ĐỊNH TRO TAN TRONG NƯỚC

Đun sôi tro toàn phần (Phụ lục 9.8) với 25 ml nước trong 5 min. Tập trung những chất không tan vào một phễu thủy tinh xóp, hoặc vào trong một chén lọc thủy tinh xóp, hoặc trên một giấy lọc không tro đã cân bì trước, rửa bằng nước nóng rồi nung 15 min ở nhiệt độ không quá 450 °C. Để nguội rồi cân để xác định khối lượng cặn không tan trong nước. Lấy khối lượng tro toàn phần trừ đi khối lượng cặn không tan trong nước, được khối lượng tro tan trong nước. Tính tỷ lệ phần trăm tro tan trong nước so với dược liệu đã làm khô trong không khí.